Agilent 7200 Accurate-Mass 四重極飛行時間型 GC/MS システム

操作マニュアル

Agilent Technologies

注意

© Agilent Technologies, Inc. 2012

このマニュアルの内容は米国著作権法および国際著作権法によって保護されており、Agilent Technologies, Inc. の書面による事前の許可なく、このマニュアルの一部または全部をいかなる形態（電子データやデータの抽出または他国語への翻訳など）あるいはいかなる方法によっても複製することが禁止されています。

マニュアル番号

G3850-96005

エディション

第 1 版、2012 年 2 月

Printed in USA

Agilent Technologies, Inc.
5301 Stevens Creek Blvd.
Santa Clara, CA 95051

保証

このマニュアルの内容は「現状のまま」提供されることを前提としており、将来の改訂版で予告なく変更されることがあります。また、Agilent は適用される法律によって最大限許される範囲において、このマニュアルおよびそれに含まれる情報に関し、商品の適格性や特定用途に対する適合性への暗黙の保障を含み、また、それに限定されないすべての保証を明示的か暗黙的かを問わず、一切いたしません。Agilent は、このマニュアルまたはこのマニュアルに記載されている情報の提供、使用または実行に関連して生じた過誤、付随的損害あるいは間接的損害に対する責任を一切負いません。Agilent とお客様の間に書面による別の契約があり、このマニュアルの内容に対する保証条項がここに記載されている条件と矛盾する場合は、別に合意された契約の保証条項が適用されます。

技術ライセンス

本書で扱っているハードウェアおよびソフトウェアは、ライセンスに基づき提供されており、それらのライセンス条項に従う場合のみ使用または複製することができます。

安全にご使用いただくために

注意

注意は、取り扱い上、危険があることを示します。正しく実行しなかったり、指示を遵守しないと、人身への傷害または死亡にいたるおそれのある操作手順や行為に対する注意を促すマークです。指示された条件を十分に理解し、条件が満たされるまで、**注意**を無視して先に進んではなりません。

警告

警告は、取り扱い上、危険があることを示します。正しく実行しなかったり、指示を遵守しないと、人身への傷害または死亡にいたるおそれのある操作手順や行為に対する注意を促すマークです。指示された条件を十分に理解し、条件が満たされるまで、警告を無視して先に進んではなりません。

本マニュアルについて

本マニュアルには、Agilent 7200 Accurate-Mass 四重極飛行時間型 GC/MS システムの操作およびメンテナンスに関する情報が記載されています。

1 「はじめに」

第 1 章では、ハードウェアの説明、一般的な安全上の警告など、7200 Q-TOF GC/MS に関する一般的な情報を記載します。

2 「GC カラムの取り付け」

第 2 章では、MS で使用するキャピラリカラムの準備方法、GC オーブンの取り付け方法、および GC/MS インターフェイスを使用した MS との接続方法について説明します。

3 「電子イオン化（EI）モードの操作」

第 3 章では、温度設定、圧力モニタ、チューニング、ベントおよび真空排気などの EI モードでの定期的な作業について説明します。

4 「化学イオン化（CI）モードで操作する」

第 4 章では、CI モードで操作する必要のある追加タスクについて説明します。

5 「リムーバブルイオン源の使用」

第 5 章では、リムーバブルイオン源の変更方法について説明します。

6 「通常のメンテナンス」

第 6 章では、7200 Q-TOF GC/MS の一般的なメンテナンス手順について説明します。

ハードウェアユーザー情報

これで Agilent 機器のマニュアルが揃い、すぐ使用できます。

機器に同梱されているハードウェアユーザー情報の DVD からは、Agilent **7890A GC**、**7200 Q-TOF GC/MS**、**7693 ALS**、および**7683B ALS** の幅広いオンラインヘルプ、ビデオ、書籍を利用することができます。ここには、次のような、もっとも必要な情報のローカライズ版が含まれています。

- 初心者向けマニュアル
- 安全および規制に関するガイド
- サイトの準備チェックリスト
- 据付に関する情報
- 操作ガイド
- メンテナンス情報
- トラブルシューティング詳細

目次

1 はじめに

使用する略語 10

7200 Accurate-Mass 四重極飛行時間型 GC/MS システム 12

ハードウェアの説明 15

重要な安全上の警告 16

安全および規制に関する認証 19

使用目的 22

製品のクリーニング / リサイクル 22

液体の流入 22

MS の移設と保管 22

2 GC カラムの取り付け

カラム 24

キャピラリカラムの取り付け準備 27

スプリット / スプリットレス注入口にキャピラリカラムを取り付ける 29

キャピラリカラムのコンディショニング 31

GC/MS インターフェイスにキャピラリカラムを取り付ける 32

カラムの端を CFT フィッティング用に準備する 35

3 電子イオン化（EI）モードの操作

データシステムから MS を操作する 40

GC/MS インターフェイス 41

MS のスイッチを入れる前に 43

真空排気 44

温度を制御する 44

カラム流量を制御する 44

コリジョンセル流量を制御する 45

MS の大気開放 46

EI モードの代表的な真空圧 47

温度および真空状態のモニタを設定する 48

MS アナライザの温度を設定する 51

MassHunter ワークステーションから GC/MS インターフェイスの温度を設定する 53

カラムをキャリブレーションする 54

コリジョンセルガスをコンフィグレーションする 56

コリジョンセルガスの流量を設定する 57

EI モードで MS をオートチューニングする 58

上側 RIS カバーを取り外す 60

アナライザサイドパネルにアクセスするためアナライザのカバーを開く 61

MS を真空排気する 62

MS を大気開放する 65

4 化学イオン化（CI）モードで操作する

CI モードで操作するように MS を設定する 68

CI GC/MS インターフェイス 69

CI MS を操作する 71

CI モードの高真空圧 72

その他の試薬ガス 74

CI オートチューニング 76

フローコントロールモジュール 78
EI モードから CI モードへ切り替える 79
試薬ガス流量コントロールモジュールを操作する 81
試薬ガス流量を設定する 83
CI オートチューニングを操作する 84

5 リムーバブルイオン源の使用

リムーバブルイオン源 88
イオン源を変更する 90
RIS 交換ツールを取り付ける 93
アナライザからイオン源を取り外す 95
RIS 交換ツールのイオン源を変更する 97
イオン源をアナライザに取り付ける 99
機器から RIS 交換ツールを取り外す 100

6 通常のメンテナンス

始める前に 102
真空システムのメンテナンス 107
アナライザのメンテナンス 108
EI イオン源を分解する 110
EI イオン源を組み立てる 112
CI イオン源を分解する 114
CI イオン源を組み立てる 116
イオン源を洗浄する 118
フィラメントを取り外す 122
フィラメントを取り付ける 124

1 はじめに

使用する略語 10
7200 Accurate-Mass 四重極飛行時間型 GC/MS システム 12
ハードウェアの説明 15
重要な安全上の警告 16
安全および規制に関する認証 19
使用目的 22
製品のクリーニング / リサイクル 22
液体の流入 22
MS の移設と保管 22

本章では、ハードウェアの説明、一般的な安全上の警告など、7200 Accurate-Mass Q-TOF GC/MS システムに関する一般的な情報を記載します。

使用する略語

本製品の説明では表 1 の略語を使用します。参照しやすいように以下にまとめています。

表 1　略語

略語	定義
AC	交流
ALS	オートサンプラ
BFB	ブロモフルオロベンゼン（キャリブラント）
CC	コリジョンセル
CI	化学イオン化
DC	直流
DFTPP	デカフルオロトリフェニルホスフィン（キャリブラント）
EI	電子イオン化
EPC	Electronic pneumatic control （エレクトロニックニューマティクスコントロール）
eV	エレクトロンボルト
GC	ガスクロマトグラフ
id	内径
LAN	ローカルエリアネットワーク
m/z	質量電荷比
MFC	Mass flow controller（マスフローコントローラ）
MS	質量分析計
NCI	ネガティブ化学イオン化

表 1 略語 （続き）

略語	定義
OFN	オクタフルオロナフタレン（サンプル）
PCI	ポジティブ化学イオン化
PFDTD	パーフルオロ -5,8- ジメチル -3,6,9- トリオキシドデカン（キャリブラント）
PFTBA	パーフルオロトリブチルアミン（キャリブラント）
Q-TOF	四重極飛行時間型
Quad	四重極マスフィルタ
RF	無線周波数
RFPA	無線周波数電力増幅器
TOF	飛行時間型
Torr	圧力単位 1 mm Hg（1.33322x100 kPa）
Turbo	ターボ分子真空ポンプ

7200 Accurate-Mass 四重極飛行時間型 GC/MS システム

7200 Accurate-Mass 四重極飛行時間型（Q-TOF）GC/MS システムはスタンドアロン型のキャピラリ GC 検出器で、Agilent 7890A シリーズガスクロマトグラフと共に使用します。7200 Q-TOF には以下の機能があります。

- 3 台のターボ分子真空ポンプ
- ロータリー（フォアライン）ポンプ
- 独立したヒーターを持つ EI または CI イオン源
- RIS バイオネットと冷却チャンバーを持つリムーバブルイオン源（RIS）交換ツール。機器の真空状態を損うことなく EI イオン源から CI イオン源にすばやく変更できます。
- 独立したヒーターを持つ双曲線状四重極マスフィルタ。高温まで加熱できるため、低温分析時に見られる典型的な汚染を最小限に抑制できます。
- ヘキサポールコリジョンセル
- イオンフォーカススライサー
- デュアルステージイオンミラーを備えた真空絶縁型フライトチューブ
- 高速エレクトロニクス。高速サンプリングレートを実現します。
- AD 検出器
- 独立したヒーターを持つ GC/MS インターフェイス。イオン源を取り外している間は、自動的に GC 側に引っ込んでいます。

外観説明

7200 Q-TOF GC/MS は、およそ、高さ 48 cm、幅 71 cm、奥行き 89 cm です（フライトチューブと RIS ハンドルを除く）。フライトチューブは、機器の上部から上に 84 cm の長さになります。RIS ハンドルは、装着すると、機器の正面から 48 cm 突き出た状態になります。

機器のメインフレームの重量は 152 kg です。フォアライン（粗引き）ポンプを装着すると、さらに 11 kg 重くなります。

機器の基本コンポーネントは、フレーム / カバーの組立部品、真空システム、GC/MS インターフェイス、リムーバルイオン源、フライトチューブ電子機器、四重極マスフィルタ、コリジョンセル、検出器です。

真空ゲージ

7200 Q-TOF GC/MS には、4 台のイオン真空ゲージが装備されています。MassHunter ワークステーションを使用して、真空マニフォールド、ターボ分子真空ポンプ、フライトチューブの圧力（高真空）を確認できます。

イオン化モード

7200 Accurate-Mass Q-TOF GC/MS は、2 つの異なるイオン化コンフィグレーションで購入できます。

- G3850AA 7200 Q-TOF GC/MS EI RIS バンドル
- G3851AA 7200 Q-TOF GC/MS EI/CI RIS バンドル

アップグレードキットを利用して EI システムを EI/CI システムにアップグレードできます。このキットによって 7200 Q-TOF GC/MS に以下のものが追加されます。

- CI イオン源
- 試薬ガス流量コントロールモジュール、および関連する配管と配線
- ユーティリティパネルの更新
- カバーサポート用の新しいリブ
- IRM アセンブリの新しい配管

CI システムの場合、メタン / イソブタンガスフィルターの取り付けが必要になります。このフィルターは酸素、水、炭化水素、硫黄の化合物を除去します。

MSD CI システムは、CI に必要な比較的高いイオン源圧力となる一方で、四重極および検出器で高真空を維持するように最適化されています。試薬ガスの流路に沿った特別なシールとイオン源のごく小さな開口部によって、イオン化室において試薬ガスと、適切な反応が起こるために十分な時間維持することができます。CI インターフェイスには試薬ガス用に特別な配管があります。インターフェイスチップには絶縁シールのためのバネがついています。

新しいリムーバルイオン源を使用すると、CI イオン源と EI イオン源を 30 分以内に切り替えることができます。RIS を使用すると機器の真空状態が保持され、冷却チャンバーと N2 パージにより、MS をベントせずにイオン源を急速に冷却できます。このため、従来のユニットに比べてサイクル時間を短縮できます。

ハードウェアの説明

図 1 は、代表的な Agilent 7200 Accurate-Mass Q-TOF GC/MS システムの概要です。

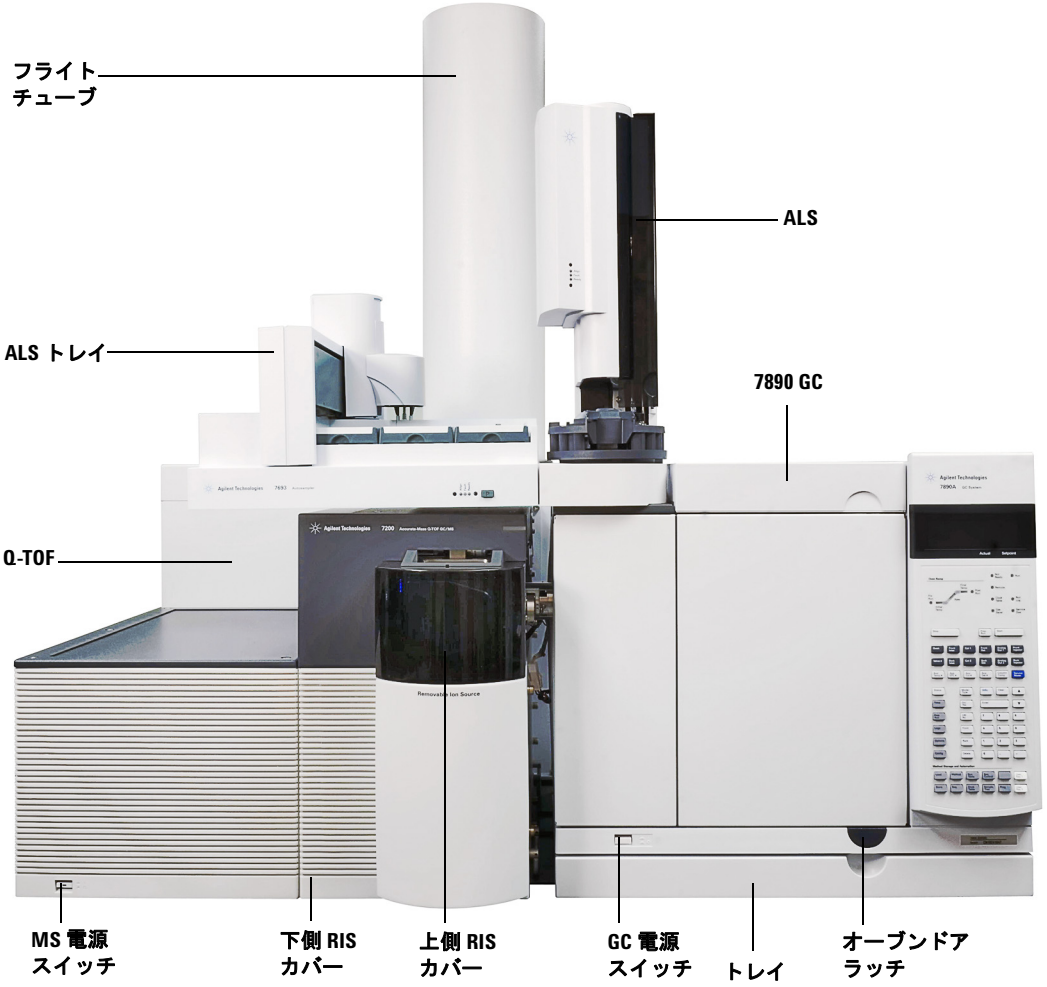

図 1 7200 Q-TOF GC/MS システム

重要な安全上の警告

機器を使用する際に忘れてはならない安全上の注意点がいくつかあります。

機器内部で高電圧がかかる部品

機器が電源に接続されている場合、電源スイッチが切れていても、危険な電圧が以下の箇所に残留している可能性があります。

- 機器の電源コードと AC 電源間の配線
- AC 電源本体
- AC 電源と電源スイッチ間の配線

電源のスイッチがオンの場合、以下の箇所に危険な電圧が残留している可能性があります。

- 機器内のすべての電子ボード
- これらのボードに接続された内部配線およびケーブル
- ヒーター（オーブン、検出器、注入口、またはバルブボックス）用配線

警告

これらの部品はすべて、カバーで遮蔽されています。安全カバーが適切な位置にあれば、危険な電圧に間違って接触する可能性はまずありません。特に指示されない限り、検出器、注入口、またはオーブンをオフにしないでカバーを取り外すことのないようにしてください。

警告

電源コードの絶縁体が擦り切れたり磨耗したりした場合は、電源コードの交換をお願いします。不明な点は弊社コールセンターにお問い合わせください。

静電気による機器の損傷

機器内のプリント基板は、静電放電によって損傷する可能性があります。やむを得ない場合を除き、PC 基板には触らないでください。PC 基板を取り扱う必要がある場合は、接地されたリストストラップを着用し、その他の帯電防止措置を取ってください。

爆発防止の予防措置

警告

この製品での水素ガスの使用は明確に禁じられています。

警告

フロントのアナライザのサイドプレート上部にあるつまみねじと、リアのアナライザのサイドプレート上部にあるつまみねじをどちらも指で確実に締めてください。つまみねじを強く締めすぎないでください。空気漏れの原因となることがあります。

コリジョンセル内のトッププレートのシッピングブラケットは締めたままにしておきます。通常動作では、付属のブラケットをトッププレートから取り外してはいけません。ブラケットは、万一爆発が起きた場合にトッププレートを保護します。

警告

MS の安全を上記の説明のように確保しないと、爆発によって人体に被害を与える危険性が増大します。

非常に高温となる部品

これらの機器の部品の多くは非常に高温で稼動しており、触れると重度のやけどを負う恐れがあります。そうした部分には以下のものが含まれます。しかしこれらがすべてではありません。

- 注入口
- オーブンとその内容物
- バルブボックス
- カラムを注入口、検出器、または MS インターフェイスに取り付けるカラムナット

- フォアラインポンプ
- GC/MS トランスファライン

MS の上記部分においてメンテナンスなどの作業を行うときは、加熱した部分を室温まで冷却してから行います。加熱した部分の温度を最初に室温に設定すると、早く温度が下がります。設定温度になったら、該当部分の設定を OFF にします。高温部分でのメンテナンスが必要な場合は、手袋を着用してレンチを使用します。できる限り、機器のメンテナンスを行う部分を冷却してから作業を実施してください。

警告 **動作中のフォアラインポンプに触れると火傷をする恐れがあります。**

警告 **機器の背面で作業を行う場合は注意してください。GC の冷却中に高温になった空気が放出され、やけどの原因となる恐れがあります。**

警告 **注入口、検出器、バルブボックス、および絶縁カップを取り巻く絶縁体には、耐熱セラミック繊維が使用されています。繊維粒子を吸引しないように、次の安全手順を守ることをお勧めします。作業場所を換気してください。長袖、手袋、保護めがね、使い捨て防塵マスクを着用してください。絶縁体はビニールの袋に封をして所在地域の規制に従って処理してください。絶縁体を扱ったら、低刺激性の石鹸と冷水で手を洗ってください。**

標準のフォアラインポンプの下のオイルパンは引火する恐れがあります

オイルパン内の油布、紙タオルなどの吸収性のある素材は、発火してポンプや MS の他の部品を損傷する恐れがあります。

警告 **フォアライン（粗引き）ポンプの上、下、または周囲に置かれた可燃性のある素材（または、引火性 / 非引火性の浸潤性素材）は、引火の恐れがあります。パンを清潔に保ち、紙タオルなどの吸収性のある素材をなかに放置しないでください。**

安全および規制に関する認証

7200 Q-TOF GC/MS は、次の安全基準に適合しています。

- Canadian Standards Association (CSA): CAN/CSA-C22.2 No. 61010-1-04
- CSA/Nationally Recognized Test Laboratory (NRTL): UL 61010–1
- International Electrotechnical Commission (IEC): 61010–1
- EuroNorm (EN): 61010–1

7200 Q-TOF GC/MS は、次の電磁両立性（EMC）および無線周波数干渉（RFI）に関する規制に適合しています。

- CISPR 11/EN 55011: グループ 1、クラス A
- IEC/EN 61326-1
- AUS/NZ

この ISM デバイスは、カナダの ICES-001 に適合しています。Cet appareil ISM est conforme a la norme NMB–001 du Canada.

7200 Q-TOF GC/MS は、ISO 9001 に登録された品質システムで設計および製造されています。

情報

Agilent Technologies 7200 Accurate-Mass Q-TOF GC/MS は、Equipment Class I、Laboratory Equipment、Installation Category II、Pollution Degree 2 の各 IEC（国際電気標準会議）規格に適合しています。

Agilent Technologies 7000A シリーズトリプル四重極 MS は、認証された安全基準に準拠して設計、テストされており、室内における使用を目的として設計されています。本機器が製造者の指定以外の方法で使用された場合、本機器に装備された安全保護機能が低下します。MS の安全保護機能が低下した場合は、すべての電源から機器を外して、意図しない動作が発生しないようにしてください。

修理については、正規のサービスエンジニアにお問い合わせください。部品を交換、または機器を無断で改造すると、安全上の問題が生じる可能性があります。

警告ラベル

この機器の操作、サービス、および修理の全段階を通じて、マニュアルやこの機器で表示される警告を必ず守ってください。これらの注意を遵守しなければ、設計の安全基準や機器の使用目的に反することになります。Agilent Technologies は、お客様がこれらの要件を遵守しなかった場合の責任は一切負わないものとします。

詳細については、付随情報を参照してください。

高温部を表します。

危険電圧を表します。

アース（接地）ターミナルを表します。

火災・爆発の危険性を表します。

放射能の危険を表します。

静電気の危険を表します。

このラベルの付いている電気製品は家庭ゴミとして捨ててはいけないことを示します。

電磁環境両立性（EMC）

このデバイスは、CISPR 11 要件に準拠しています。操作は、次の条件のもとで実施されるものとします。

- このデバイスによる有害な干渉が発生しないこと。
- このデバイスは、すべての干渉（誤動作を引き起こす可能性のある干渉を含む）に順応できること。

この機器がラジオやテレビの受信に有害な干渉を引き起こすかどうかは、機器のスイッチをつけたり切ったりすることで判断できます。干渉を引き起こす場合は、次の手段を 1 つ以上試すことをお勧めします。

1 ラジオやアンテナの位置を動かす。

2 ラジオまたはテレビからデバイスを遠ざける。

3 デバイスを別のコンセントに差し込んで、ラジオまたはテレビとは別の電気回路を使用する。

4 すべての周辺機器についても電磁環境両立性（EMC）が認証されているか確認する。

5 適切なケーブルでデバイスを周辺機器に接続しているか確認する。

6 機器の販売店、Agilent Technologies、または実績のある技術者に相談して支援を求める。

Agilent Technologies が明示的に認めた以外の変更または改造が行われた場合、機器を操作するユーザー権限が無効になることがあります。

放射音圧レベル

音圧

音圧（Lp）70dB 未満（EN 27779:1991、EN ISO 3744:1995）

Schalldruckpegel

Schalldruckpegel LP < 70 dB nach EN 27779:1991 und EN ISO 3744:1995.

使用目的

Agilent の製品は、弊社製品のユーザーガイドに記載されている方法で使用する必要があります。その他の用途で使用した場合、製品の損傷または怪我につながるおそれがあります。Agilent は、製品の不適切な使用、無認可の改変、製品に対する調整や修正、Agilent 製品ユーザーガイドの手順の不遵守、あるいは関係法令や規制への違反が原因で生じた損傷の全部または一部に対して一切の責任を負わないものとします。

製品のクリーニング / リサイクル

外装をクリーニングする場合は、電源を外して、水気のない柔らかい布で拭いてください。製品のリサイクルについては、弊社コールセンターにお問い合わせください。

液体の流入

MS に液体をこぼさないでください。

MS の移設と保管

MS の機能を適切に維持する最良の方法は、キャリアガスの流入で MS を真空排気して温度を保つことです。MS を移設あるいは保管する計画がある場合、さらにいくつかの予防措置が必要となります。MS は常に必ず直立した状態を維持しなければならず、移動中はこの点に特に注意が必要です。MS は長い間大気開放した状態のままであってはなりません。詳細については、『Agilent 7200 Q-TOF GC/MS トラブルシューティングおよびメンテナンスマニュアル』の「MS の移設または保管」を参照してください。

2
GC カラムの取り付け

カラム　24
キャピラリカラムの取り付け準備　27
スプリット/スプリットレス注入口にキャピラリカラムを取り付ける　29
キャピラリカラムのコンディショニング　31
GC/MS インターフェイスにキャピラリカラムを取り付ける　32
カラムの端を CFT フィッティング用に準備する　35

お使いの GC/MS システムを稼動させる前に、GC カラムの選択、取り付け、コンディショニングが必要です。本章ではカラムの取り付けおよびコンディショニング方法を説明します。

カラム

MS で使用できる GC カラムの種類は多くありますが、いくつか制限があります。

チューニングまたはデータ取り込み中は、MS へのカラム流量が推奨最大値を超えてはなりません。したがって、カラムの長さや流量に制限があります。推奨する流量を超えると質量スペクトルおよび感度性能が劣化します。

カラム流量はオーブン温度によって大きく変化することに留意してください。使用するカラムの実際の流量を測定する方法については、54 ページの「カラムをキャリブレーションする」を参照してください。使用可能なカラム流量を判断するには、Agilent Instrument Utilities ソフトウェアの流量計算ツールと表 2 を使用します。予想されるカラム出口流圧については、EI モードには表 3 、CI モードには表 6 に示される値を使用します。

表 2　ガス流量

機構	
高真空ポンプ 1	スプリットフローターボ
高真空ポンプ 2	スプリットフローターボ
高真空ポンプ 3	ターボ
最適キャリアガス流量、mL/min	1.0 ～ 1.5
試薬ガス流量、mL/min	1 ～ 2
コリジョンセルガス流量	1.5
推奨最大ガス流量、mL/min*	2.0
最大ガス流量、mL/min†	2.4
最大カラム id	0.32 mm（長さ 30m）

* MS への合計ガス流量=カラム流量+コリジョンセルガス流量+試薬ガス流量（該当する場合）+Agilent Quick Swap 流量（該当する場合）

† スペクトル性能および感度が低下する恐れがあります。

カラムのコンディショニング

カラムを GC/MS インターフェイスに接続する前にコンディショニングが必要です。

キャピラリカラムの液相の一部が、キャリアガスによって流されることがよくあります。この現象をカラムブリードと言います。カラムブリードは MS イオン源に付着します。カラムブリードによって MS 感度が落ちるため、イオン源の洗浄が必要となります。

カラムブリードは、一般的に新しいカラムやクロスリンクが不十分なカラムで発生します。カラムが熱せられたときにキャリアガス中に微量の酸素があると、ブリードはさらにひどくなります。カラムブリードをできるだけ少なくするには、すべてのキャピラリカラムをコンディショニングしてから GC/MS インターフェイスに取り付けてください。

フェラルのコンディショニング

フェラルを取り付ける前に最高使用温度まで数回加熱すると、フェラルからの化学物質によるブリードを減らすことができます。

ヒント

- 7200 Q-TOF GC/MS のカラム取り付け手順は、他の MS の手順とは異なります。他の機器での取り付け手順は使用できません。これを無理に行うと、カラムまたは MS に損傷を与える可能性があります。
- 普通の押しピンを使ってカラムナットから古いフェラルを取り外すことができます。
- 99.9995%以上の純度のキャリアガスを常に使用してください。
- 何回も加熱と冷却を繰り返すと、熱膨張によって新しいフェラルが緩むことがあります。2、3 回加熱した後に、締まり具合を確認してください。
- カラムを取り扱うとき、特に GC/MS インターフェイスにカラムの先端を挿入するときは常に清潔な手袋を着用してください。

警告 **この製品での水素ガスの使用は明確に禁じられています。**

警告 **キャピラリカラムを取り扱うときは常に保護メガネを着用してください。カラムの先端で肌を刺さないように注意してください。**

キャピラリカラムの取り付け準備

準備するもの

- キャピラリカラム
- カラムカッター、セラミック製（5181-8836）またはダイヤモンド製（5183-4620）
- フェラル
  - 0.27 mm id、0.10 mm id カラム用（5062-3518）
  - 0.37 mm id、0.20 mm id カラム用（5062-3516）
  - 0.40 mm id、0.25 mm id カラム用（5181-3323）
  - 0.5 mm id、0.32 mm id カラム用（5062-3514）
  - 0.8 mm id、0.53 mm id カラム用（5062-3512）
- 清潔な手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 注入口カラムナット（Agilent 7890A 用 5181-8830）
- ルーペ
- セプタム（使用されて古くなった注入口セプタムでも可）

警告 **GC は高温で稼働します。火傷をしないように、GC が冷却したことを確認するまでどの加熱部にも触れないでください。**

手順

注意 GC またはアナライザの内側にある部品を扱うときは常に清潔な手袋を着用してください。

1 オーブンを室温まで冷却します。

2 清潔な手袋を着用して、セプタム、カラムナットおよびコンディショニングされたフェラルの順でカラムに通します（図 2）。フェラルのテーパー側を上に向けて通します。

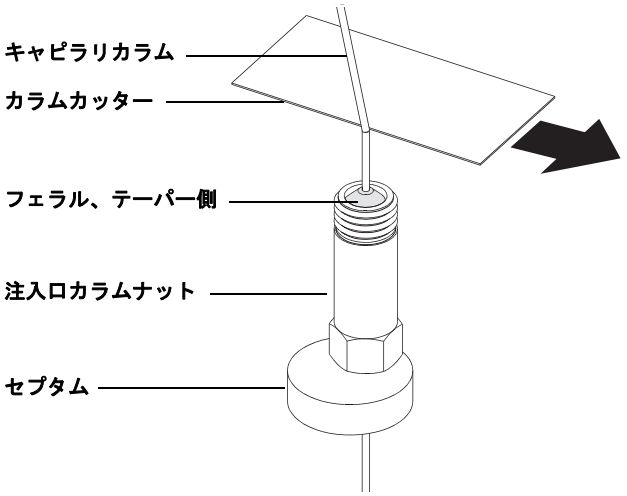

図 2　キャピラリカラムの取り付け準備

3 カラムカッターを使用してカラムの端から 2 cm のところに傷を付けます。

4 カラムカッターに対して親指でカラムを押さえながら、カラムカッターの端でカラムを折ります。

5 端が尖っていたりバリがないか調べます。切れ目が平らでない場合、ステップ 3 および 4 を繰り返します。

6 カラムの先端の外側をクリーニングする場合は、メタノールで湿らせた柔らかい布で拭いてください。

スプリット/スプリットレス注入口にキャピラリカラムを取り付ける

準備するもの

- 清潔な手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 定規
- 両口スパナ、1/4-インチおよび 5/16-インチ（8710-0510）

他のタイプの注入口にカラムを取り付けるには、『ガス クロマトグラフ オペレーティングマニュアル』を参照してください。

手順

警告

GC は高温で稼働します。火傷をしないように、GC が冷却したことを確認するまでどの加熱部にも触れないでください。

1 カラムの取り付け準備をします（27 ページの「キャピラリカラムの取り付け準備」を参照してください）。

2 カラムナットの下のセプタムを、フェラルの端から 4～6 mm 出るように調整します（図 3）。

3 カラムを注入口に挿入します。

4 ナットをスライドさせてカラムを注入口の底まで上げ、ナットを指で締めます。

5 セプタムがカラムナットの底と接するようにカラム位置を調整します。

6 カラムナットをさらに 1/4 から 1/2 回転締めます。軽く引っ張ってもカラムがずれないようにします。

7 キャリアガスをオンにします。

8 カラムの出口側をイソプロパノール等に浸けてガスの流れを検証します。泡が出ていることを確認します。

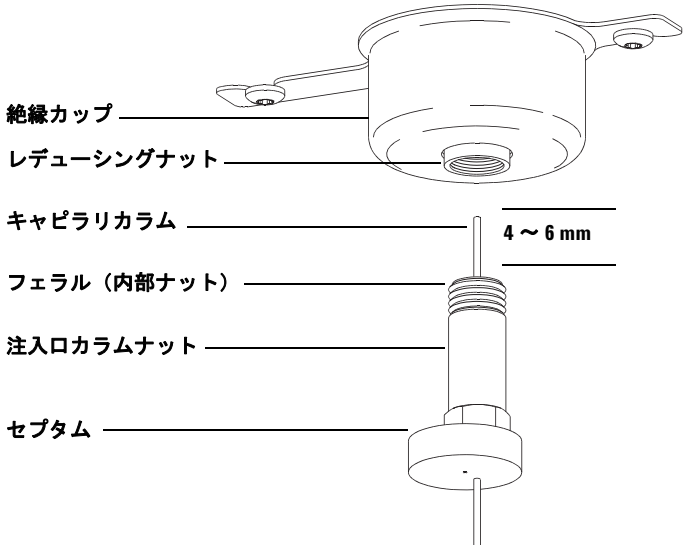

図 3 スプリット/スプリットレス注入口へのキャピラリカラムの取り付け

キャピラリカラムのコンディショニング

準備するもの

- キャリアガス（純度 99.9995%以上）
- 両口スパナ、1/4-インチおよび 5/16-インチ（8710-0510）

警告

この製品での水素ガスの使用は明確に禁じられています。

警告

GC は高温で稼働します。火傷をしないように、GC の部品が冷却したことを確認するまでどの部分にも触れないでください。

手順

1 カラムを GC 注入口に取り付けます（29 ページの「スプリット/スプリットレス注入口にキャピラリカラムを取り付ける」を参照してください）。

2 ガスの流速を、30cm/s またはカラム製造元の推奨速度に設定します。ガスを 15～30 分間、室温でパージし、空気を除去します。

3 オーブンを室温からカラムの最高温度までプログラムします。

4 10～15 ℃/min の速度で温度を上げます。

5 最高温度を 30 分間維持します。

注意

GC/MS インターフェイス、GC オーブン、または注入口のいずれも、カラムの最高使用温度を超えてはなりません。

6 GC オーブン温度を 30 ℃に設定し、GC の準備ができるまで待ちます。

7 カラムを GC インターフェイスに取り付けます（32 ページの「GC/MS インターフェイスにキャピラリカラムを取り付ける」を参照してください）。

参考資料

キャピラリカラムの取り付けに関する詳細については、『Optimizing Splitless Injections on Your GC for High Performance MS Analysis』（出版番号 5988-9944EN）を参照してください。

GC/MS インターフェイスにキャピラリカラムを取り付ける

以下の手順は、キャピラリカラムをトランスファラインにカラムナットで直接取り付ける方法です。Agilent のキャピラリ フロー テクノロジーの Quick Swap アクセサリ、または PUU（Purged Ultimate Union）を使用している場合は、35 ページの「カラムの端を CFT フィッティング用に準備する」を参照してください。

Agilent 7890A GC

準備するもの

- カラムカッター、セラミック製（5181-8836）またはダイヤモンド製（5183-4620）
- フェラル
  - 0.3 mm id、0.10 mm id カラム用（5062-3507）
  - 0.4 mm id、0.20 および 0.25 mm id カラム用（5062-3508）
  - 0.5 mm id、0.32 mm id カラム用（5062-3506）
  - 0.8 mm id、0.53 mm id カラム用（5062-3512）
- 懐中電灯
- ルーペ
- 清潔な手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- インターフェイスカラムナット (05988-20066)
- 保護メガネ
- 両口スパナ、1/4-インチおよび 5/16-インチ（8710-0510）
- カラム測定ツール

注意

GC またはアナライザの内側にある部品を扱うときは常に清潔な手袋を着用してください。

手順

1 カラムをコンディショニングします（31 ページの「キャピラリカラムのコンディショニング」を参照してください）。

警告

アナライザ、GC/MS インターフェイス、およびアナライザの他のコンポーネントは非常に高温で動作します。冷却したことを確認するまでどの部分にも触れないでください。

警告

アナライザ内部には危険な電圧がかかっており、致命傷につながる恐れがあります。いかなる理由でもアナライザのドアを開けないでください。アクセスする必要がある場合は、トレーニングを受けたサービスエンジニアが最初に機器を建物の電源から切断する必要があります。

2 Quick Swap を使用していない場合は、MS をベントします。MS をベントするには、65 ページの「MS を大気開放する」を参照してください。

警告

GC は高温で稼働します。火傷をしないように、GC の部品が冷却したことを確認するまでどの部分にも触れないでください。

3 インターフェイスナットおよびコンディショニングされたフェラルを GC カラムの先端に通します。フェラルのテーパー側をナットの方向に向けます。

4 カラムをカラム測定ツールに挿入し、カラムの端がツールの端から 10～15 mm 突き出るようにします。

5 カラムカッターを使用してカラムの端から 2 cm のところに傷を付けます。

6 カラムカッターに対して親指でカラムを押さえながら、カラムカッターの端でカラムを折ります。

7 端が尖っていたりバリがないか調べます。切れ目が平らでない場合、ステップ 4 および 5 を繰り返します。

8 端をアルコールで拭きます。

9 カラムをスライドさせ、カラムがツールの端から 1～2 mm 突き出るようにします。

10 フィッティングを指で締めます。

11 1/4～1/2 回転締めて、フェラルをカラムに固定します。

12 GC/MS インターフェイスにカラムを挿入します。

13 ナットを手で締めます。ナットを締めるときにカラムの位置がずれないように注意します。

14 GC オーブン内で、カラムがオーブンの壁に触れていないことを確認します。

15 ナットを 1/4 から 1/2 回転締めます。

16 1、2 回加熱を繰り返した後、ナットが緩んでいないことを確認し、必要に応じて再度締め直します。

カラムの端を CFT フィッティング用に準備する

準備するもの

- SilTite フェラル：
  - 0.1～0.25 mm カラム、10 個入り（5188-5361）
  - 0.32 mm カラム、10 個入り（5188-5362）
  - 0.53 mm カラム、10 個入り（5188-5363）
- かしめナット
- 両口スパナ、1/4-インチおよび 5/16-インチ（8710-0510）

手順

1 適切な金属フェラルを入手します。

2 チューブの端を内部ナットと SilTite フェラルに通して、フューズドシリカチューブが約 1 cm、フェラルの後ろから突き出た状態にします。チューブが突き出した状態で、フェラル前かしめツールを内部ナットに通します（図 4 を参照してください）。

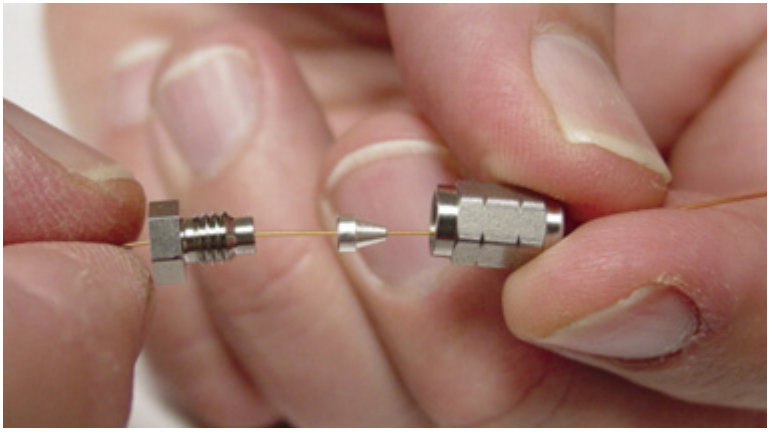

図 4　内部ナット、フェラル、かしめナットの組み立て

注意

SilTite フェラルは繊細です。締めすぎないように、次のステップの手順に慎重に従ってください。

3 レンチとフェラル前かしめツールを使用して、ときどきフェラルがチューブを掴んでいるか確認しながら、ナットを一度に少しずつ締めます（図 5 を参照してください）。フェラルがチューブを掴み始めたら、ナットの位置に注意し、45～60 度回転して締めます。60 度（1 フラット）を超えないようにしてください。カラムを引っ張ると外れる場合は、十分に締まっていません。

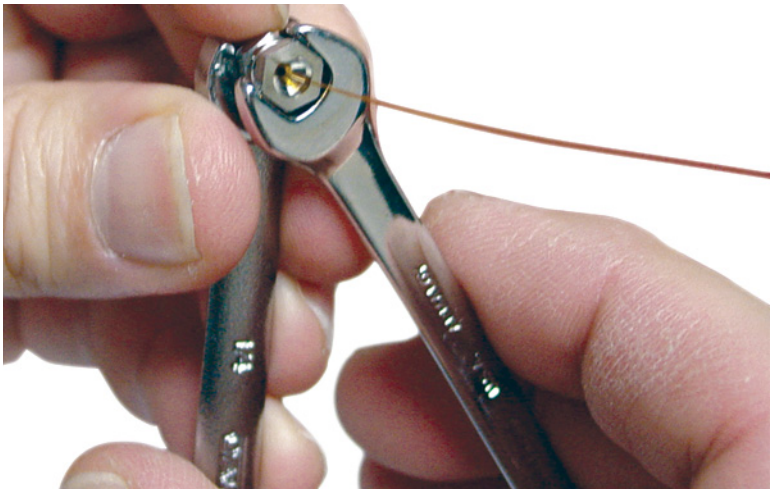

図 5 内部ナットを締める

4 かしめツールを除去します（図 6 ）。

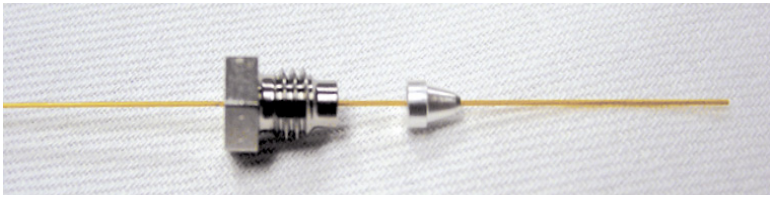

図 6 除去されたフェラル前かしめツール

5 セラミック製カラムカッターを使用して、小さいフェラル端でチューブを調整し、チューブが約 0.3 mm フェラルから突き出すようにします（図 7）。

セラミック製カラムカッターは、片面だけをカラムに接触させ、他の面は金属製 SilTite フェラルの端に載せた状態にすることが重要です。これにより、セラミックのエッジの鋭さが保たれ、カラムをきれいにカットすることができます。

注記

チューブ端をフェラル端から 0.5 mm 以上突き出さないことが重要です。

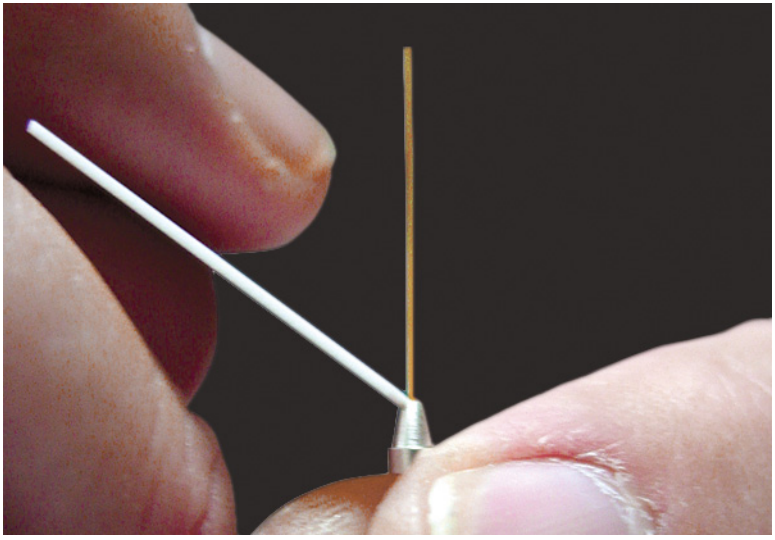

図 7　セラミック製カラムカッターとフェラル

6 チューブの端をルーペを使って確認します。チューブの端は完全に直角である必要はありませんが、フェラルの下に延びる割れ目があってはなりません。図 8 に、完成したチューブ端を示します。

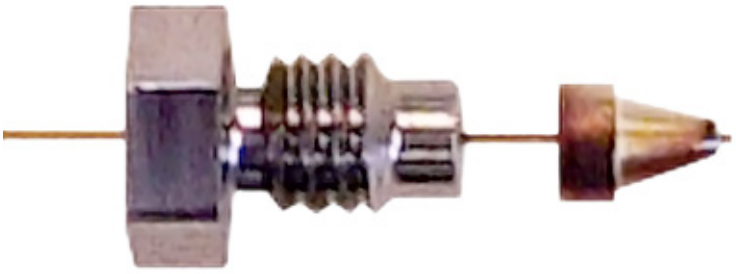

図 8 内部ナットとかしめ SilTite フェラルを取り付けたチューブ端

7 カラムを Quick Swap または PUU に内部ナットと前かしめ SilTite フェラルで接続します（図 9 ）。ナットを指で締めます。レンチを使ってさらに 15～20 度だけ締めます。

図 9 完成したカラムとの Ultimate ユニオン

3
電子イオン化（EI）モードの操作

データシステムから MS を操作する 40
GC/MS インターフェイス 41
MS のスイッチを入れる前に 43
真空排気 44
温度を制御する 44
カラム流量を制御する 44
コリジョンセル流量を制御する 45
MS の大気開放 46
EI モードの代表的な真空圧 47
温度および真空状態のモニタを設定する 48
MS アナライザの温度を設定する 51
MassHunter ワークステーションから GC/MS インターフェイスの温度を設定する 53
カラムをキャリブレーションする 54
コリジョンセルガスをコンフィグレーションする 56
コリジョンセルガスの流量を設定する 57
EI モードで MS をオートチューニングする 58
上側 RIS カバーを取り外す 60
アナライザサイドパネルにアクセスするためアナライザのカバーを開く 61
MS を真空排気する 62
MS を大気開放する 65

本章では、EI モードでの 7200 Accurate-Mass Q-TOF GC/MS の通常操作手順の実施方法をいくつか説明します。

データシステムから MS を操作する

Agilent MassHunter データ測定ワークステーションを使用して、真空排気、イオン源の取り外し、設定のモニタ、温度設定、チューニング、MS のベントなどの作業を自動化できます。本章でこれらの作業を説明します。さらに詳細な情報は、MassHunter ワークステーションソフトウェアに付属のマニュアルおよびオンラインヘルプに説明されています。

注意

ソフトウェアおよびファームウェアは定期的に改訂されます。これらの手順が MassHunter ワークステーションソフトウェアの手順と合わない場合、お使いのソフトウェアの詳細情報が記載されたマニュアルおよびオンラインヘルプを参照してください。

7200 Q-TOF GC/MS には、2 つのコンフィグレーションがあります。7200 Q-TOF GC/MS EI RIS バンドル（G3850AA）は、EI モードで、高感度のエクストラクタ EI リムーバルイオン源（RIS）と一緒に稼働します。7200 Q-TOF GC/MS EI/CI RIS バンドル（G3851AA）は、新しい RIS テクノロジを使用し、EI モードまたは CI モードで稼働できます。使用しているイオン化のタイプを、メソッドで使用する Acquisition ソフトウェアチューニングファイルに指定する必要があります。

GC/MS インターフェイス

GC/MS インターフェイス（図 10）は、MS 内部にキャピラリカラムを導入するための加熱されたガイドチューブです。インターフェイスはフロントアナライザの右側にボルトで固定され、O-リングシールが使用されています。保護絶縁カバーがあり、所定の位置に取り付けておかなければなりません。

GC/MS インターフェイスの一方の端は、ガスクロマトグラフの側面から GC オーブンに達します。この端の部分はねじ山状になっていて、ナットおよびフェラルでカラムを接続します。インターフェイスのもう一方の端はイオン源に挿入されています。ガイドチューブの端からキャピラリーカラムが 1 ～ 2mm 出た状態でイオン化室に達しています。リムーバブルイオン源を変更する場合、インターフェイスは MassHunter ソフトウェアによって自動的にイオン源から引っ込みます。これにより、イオン源をアナライザ内で自由にスライドさせることができます。

GC/MS インターフェイスは電気カートリッジヒーターによって加熱されています。通常、ヒーターは、GC の加熱部、Thermal Aux #2 から電源供給され、制御されています。インターフェイス温度は MassHunter ワークステーションまたはガスクロマトグラフキーパッドから設定できます。インターフェイスのセンサー (熱電対) が温度をモニタします。

GC/MS インターフェイスは、一般的に 250 ℃ から 350 ℃の範囲内で使用します。「絶対に」カラムの最高使用温度を超えないように設定してください。

参考資料

32 ページの「GC/MS インターフェイスにキャピラリカラムを取り付ける」

警告

GC/MS インターフェイスは高温で動作します。高温時に触れると火傷を負います。

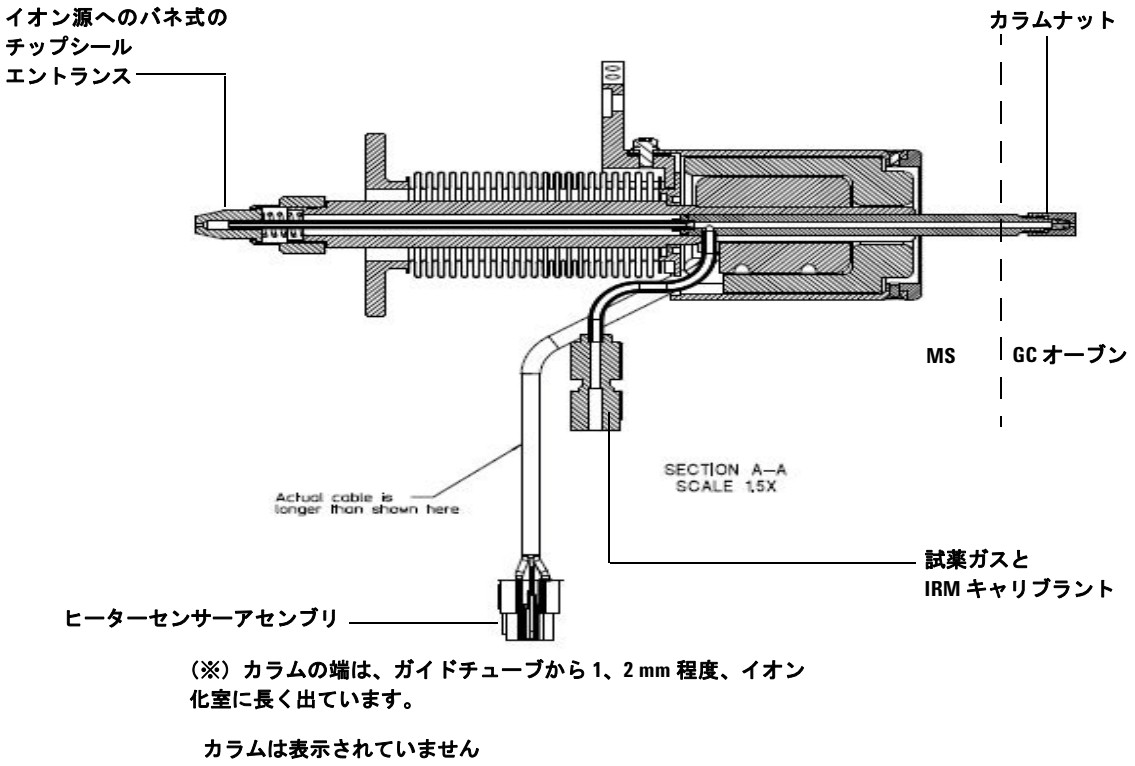

図 10 GC/MS インターフェイス

MS のスイッチを入れる前に

以下のことを検証してから MS のスイッチを入れて運転を試みてください。

- 真空シールおよびフィッティングすべてが所定の位置にあり、正しく固定されている。危険なキャリアガスあるいは試薬ガスを使用しているのでない限り、アナライザプレートのつまみねじは締めない状態にしてください。
- MS が接地された電源に接続されている。
- GC/MS インターフェイスが GC オーブン内に引き込まれている。
- コンディショニング済みのキャピラリカラムが GC 注入口と GC/MS インターフェイスに取り付けられている。
- GC はオンであるが、GC/MS インターフェイスの加熱部、GC 注入口、およびオーブンがオフである。
- 純度 99.9995% 以上のキャリアガスが、推奨トラップを使用して GC に配管されていること。
- この製品での水素ガスの使用は明確に禁じられています。
- フォアラインポンプの排気が適切に換気されていること。

警告

フォアラインポンプからの排気には分析対象の溶媒および化学物質が含まれていることがあります。標準のフォアラインポンプは、微量のポンプオイルも排出します。有毒な溶剤を使用する場合、または有毒化学薬品を分析する場合は、ホース（内径 11-mm）をオイルトラップに取り付け、フォアラインポンプの排気を室外または換気（排気）ドラフトに排出してください。所在地域の規制に従っていることを確認してください。標準のポンプ用のオイルトラップは、ポンプオイルのみを止めます。有毒な化学物質を止めたり除去することはありません。

警告

この製品での水素ガスの使用は明確に禁じられています。

真空排気

データシステムから MS の真空排気を行います。ほとんどの処理は自動です。メイン電源スイッチを（アナライザサイドパネルを押しながら）入れると、MS は自動的に真空排気を開始します。データシステムのソフトウェアは真空排気中のシステムの状態をモニタ、表示します。圧力が十分に低くなると、イオン源およびマスフィルタのヒーターを入れ、プロンプトを表示して GC/MS インターフェイスのヒーターを入れるように指示されます。真空排気が正常に行われないと、MS は停止します。

MS の各モニターを使用すると、データシステムは以下の情報を表示できます。

- 各 MS ターボポンプのモーター速度
- アナライザ内の圧力（真空）
- 四重極とイオン源の温度

温度を制御する

MS の温度はデータシステムから制御されます。MS には、それぞれ独立したヒーターと、イオン源、四重極マスフィルタ用の温度センサーがあります。データシステムから設定値の調整や温度の表示ができます。

GC/MS インターフェイスのヒーターは、通常、GC の加熱部、Thermal Aux #2 から電源が供給され、制御されます。GC/MS インターフェイスの温度の設定やモニタには、データシステムまたは GC キーパッドを使用できます。

カラム流量を制御する

キャリアガスの流量は GC のカラム注入口の圧力で制御されます。注入口の圧力が一定の場合、GC のオーブン温度が上がるにつれてカラム流量が減少します。EPC でカラムモードが [**コンスタントフロー**] に設定されていると、温度に関係なくカラム流量が一定に保たれます。

MS は実際のカラム流量の測定に使用できます。「少量」の空気または他の保持されていない化学物質を注入し、MS に到達するまでの時間を測定します。この時間を測定すると、カラム流量を算出できます。54 ページの「カラムをキャリブレーションする」を参照してください。

コリジョンセル流量を制御する

コリジョンセルガスの流量は、GC にある EPC モジュールで制御されます。コリジョンセルガスには窒素を使用します。EPC 出口におけるガス圧により、ガスの流量が制御されます。この圧力は、MassHunter データ測定ワークステーションにより、または GC キーパッドで直接制御されます。57 ページの「コリジョンセルガスの流量を設定する」を参照してください。

MS の大気開放

データシステムのプログラムによって、大気開放プロセスは自動化されています。プログラムは、適切な時点で GC および MS のヒーターとターボポンプをオフにします。

MS は誤ったベントによって損傷を受けます。ターボポンプは、標準運転速度の 50% を超えて回転している間に大気開放されると、損傷を受ける場合があります。

警告

この製品での水素ガスの使用は明確に禁じられています。

注意

フォアラインホースの両端から空気を入れる方法で MS を大気開放することは絶対に行わないでください。ベントバルブを使用するか、カラムナットとカラムを取り外すようにして下さい。

推奨するトータルガス流量の最大値を超えないでください。表 2 を参照してください。

EI モードの代表的な真空圧

EI モードで動作圧力に最も大きな影響を与えるのはキャリアガス（カラム）およびコリジョンセルガスの流量です。表 3 に、ヘリウムおよび窒素コリジョンセルガスのさまざまな流量に対する代表的な圧力値の一覧を記載しています。これらの圧力値は概算値で、個々の機器によって 30% 程度変動します。

表 3　真空に対するキャリアガスおよびコリジョンセルガス流量の影響

	コリジョンセルガスがオン N2 = 1.5 mL/min			コリジョンセルガスがオン オフ		
カラム流量 (mL/min)	低真空	四重極真空	TOF 真空	低真空	四重極真空	TOF 真空
0.5	$1.16 * 10^{-1}$	$3.41 * 10^{-5}$	$4.20* 10^{-7}$	$8.29 * 10^{-2}$	$3.17 * 10^{-7}$	$2.15 * 10^{-7}$
0.7	$1.18 * 10^{-1}$	$3.41 * 10^{-5}$	$4.20 * 10^{-7}$	$8.67 * 10^{-2}$	$3.45 * 10^{-7}$	$2.15 * 10^{-7}$
1	$1.22 * 10^{-1}$	$3.43 * 10^{-5}$	$4.22 * 10^{-7}$	$9.17 * 10^{-2}$	$3.79 * 10^{-7}$	$2.16 * 10^{-7}$
1.2	$1.24 * 10^{-1}$	$3.43 * 10^{-5}$	$4.22 * 10^{-7}$	$9.49 * 10^{-2}$	$4.06 * 10^{-7}$	$2.16 * 10^{-7}$
2	$1.32 * 10^{-1}$	$3.44 * 10^{-5}$	$4.22 * 10^{-7}$	$1.07 * 10^{-1}$	$5.17 * 10^{-7}$	$2.17 * 10^{-7}$
3	$1.42 * 10^{-1}$	$3.44 * 10^{-5}$	$4.25 * 10^{-7}$	$1.19 * 10^{-1}$	$6.51 * 10^{-7}$	$2.20 * 10^{-7}$
4	$1.50 * 10^{-1}$	$3.46 * 10^{-5}$	$4.27 * 10^{-7}$	$1.29 * 10^{-1}$	$7.84 * 10^{-7}$	$2.21 * 10^{-7}$

圧力が常にリストの値より高い場合、MassHunter ワークステーションソフトウェアのオンラインヘルプで、空気漏れおよび他の真空問題に関するトラブルシューティング情報を参照してください。

温度および真空状態のモニタを設定する

1 つのモニタにつき、1 つの機器パラメータの現在値を表示できます。標準の機器コントロールウィンドウで追加できます。実際のパラメータがユーザーが定めた制限値を超えた場合、モニタの色が変わるように設定できます。

手順

1 MassHunter ワークステーションデータ測定ソフトウェアの **[機器コントロール]** パネルで、[機器] メニューをクリックします。

2 **[機器] > [モニタ編集]** を選択して、**[モニタ選択]** ダイアログボックスを表示します。図 11 を参照してください。

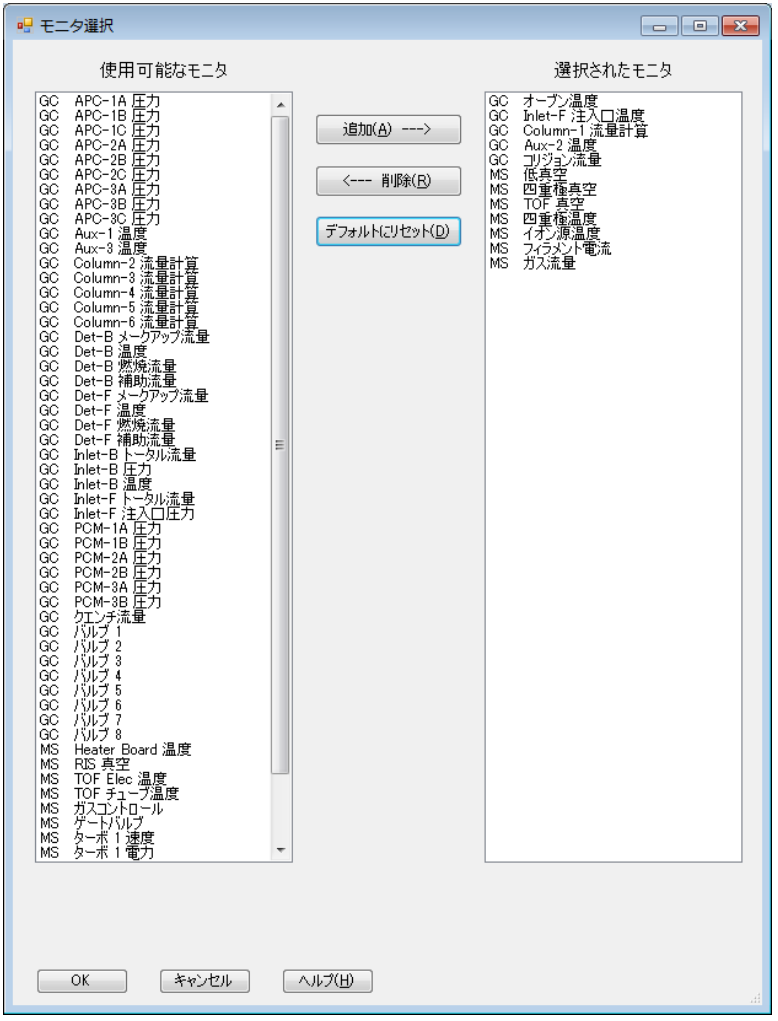

図 11　[モニタ選択] ダイアログボックス

3　**[使用可能なモニタ]** 列で **[MS 低真空]** を選択し、**[追加]** ボタンをクリックして **[選択されたモニタ]** 列に移動します。

4 [**使用可能なモニタ**] 列で [**MS 四重極真空**] を選択し、[**追加**] ボタンをクリックして [**選択されたモニタ**] 列に移動します。

5 [**使用可能なモニタ**] 列で [**MS TOF 真空**] を選択し、[**追加**] ボタンをクリックして [**選択されたモニタ**] 列に移動します。

6 [**使用可能なモニタ**] 列で [**MS 四重極温度**] を選択し、[**追加**] ボタンをクリックして [**選択されたモニタ**] 列に移動します。

7 [**使用可能なモニタ**] 列で [**MS ターボ速度**] を選択し、[**追加**] ボタンを押して [**選択されたモニタ**] 列に移動します。

8 設定したい他のモニタを選択して [**選択されたモニタ**] 列に追加します。

9 [**OK**] をクリックします。新しいモニタは [**機器コントロール**] ウィンドウの右下部にあるウィンドウの上にスタックされます。

10 [**ウィンドウ**] > [**モニタの整列**] を選択するか、各モニタをクリックアンドドラッグして希望する位置に移動します。図 12 は、モニタ配置の一例です。

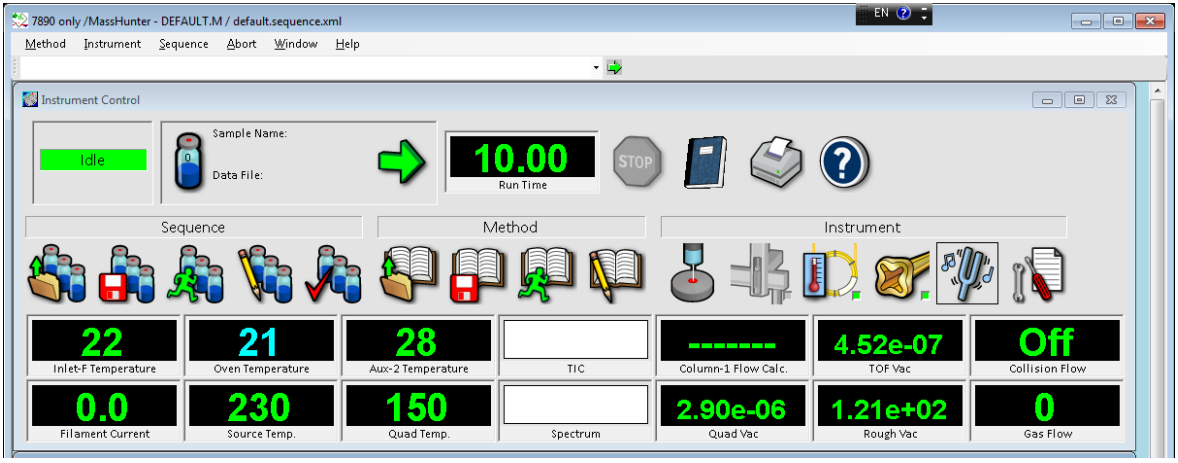

図 12 モニタの配置

11 新規の設定をメソッドの一部とするには、[**メソッド**] メニューから [**メソッド上書き保存**] を選択します。

MS アナライザの温度を設定する

MS イオン源および四重極の温度の設定値は最新のチューニングファイルに保存されています。メソッドがロードされると、そのメソッドに関連付けられたチューニングファイルの設定値が自動的にダウンロードされます。

手順

1 [**機器コントロール**] パネルで [**MS チューニング**] アイコンを選択し、[**チューニング**] ダイアログボックスを表示します。[**マニュアルチューニング**] タブの次に [**イオン源**] タブを選択して、イオン源パラメータを表示します。

2 [**イオン源温度**] フィールドに温度設定値を入力します。推奨設定値については、表 4 を参照してください。

3 [**四重極**] タブを選択して、MS パラメータを表示します。

4 [**四重極温度**] フィールドに温度設定値を入力します。推奨設定値については、表 4 を参照してください。

5 [**ファイルとレポート**] タブを選択し、[**保存**] ボタンをクリックして、これらの変更とともにチューニングファイルを保存します。

表 4　推奨温度設定値

該当部分	EI 動作
MS イオン源	230 ℃
MS 四重極	150 ℃

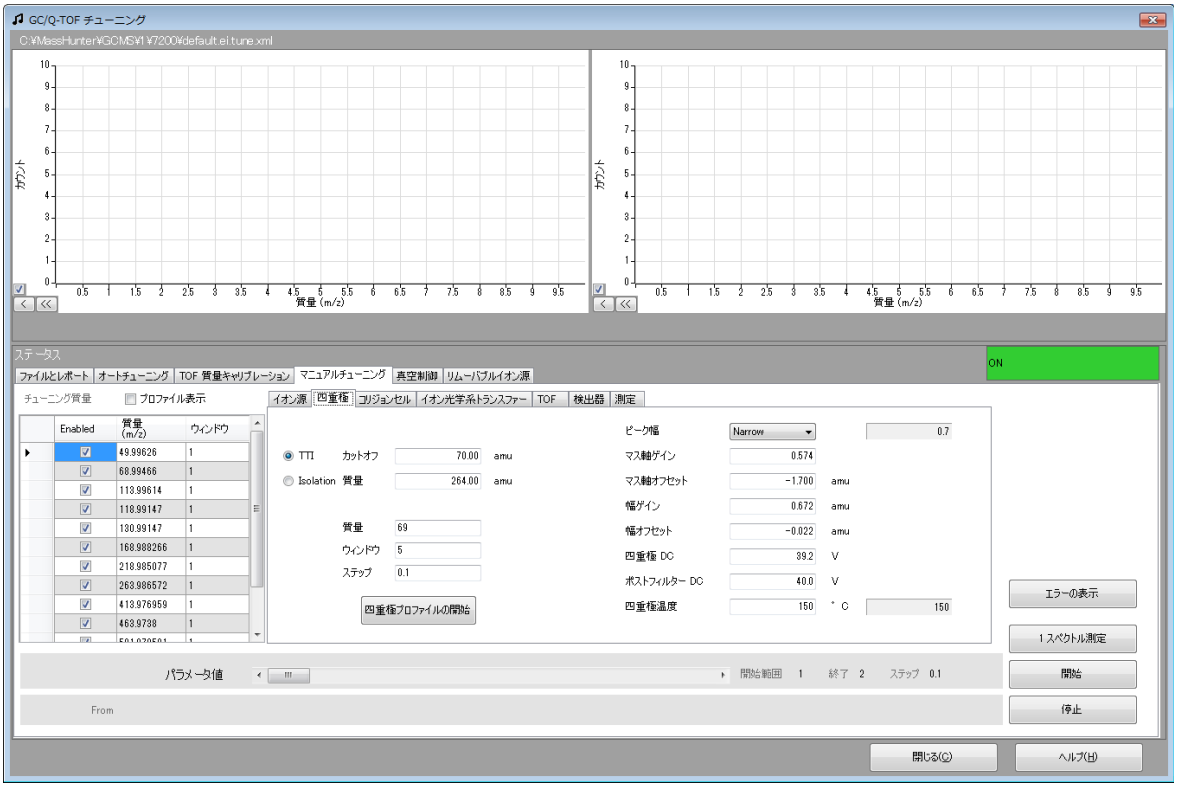

図 13 温度の設定

GC/MS インターフェイス、イオン源、MS 四重極のヒーターは互いに影響します。ある部分の設定値が隣り合う部分の設定値と大きく異なる場合、アナライザの加熱部が温度を完全に制御できないことがあります。

警告

四重極の場合 200 ℃、イオン源の場合 350 ℃ を超える温度は設定できません。

MassHunter ワークステーションから GC/MS インターフェイスの温度を設定する

これらの作業は [**GC コントロール**] パネルを使用しても実行できます。

手順

1 [**機器コントロール**] パネルで、[**機器**] > [**GC パラメータ**] を選択します。

2 [**Aux 温度**] アイコンをクリックしてインターフェイス温度を編集します（図 14）。この例では、GC/MS インターフェイス温度は **Aux 温度 2** に設定されています。

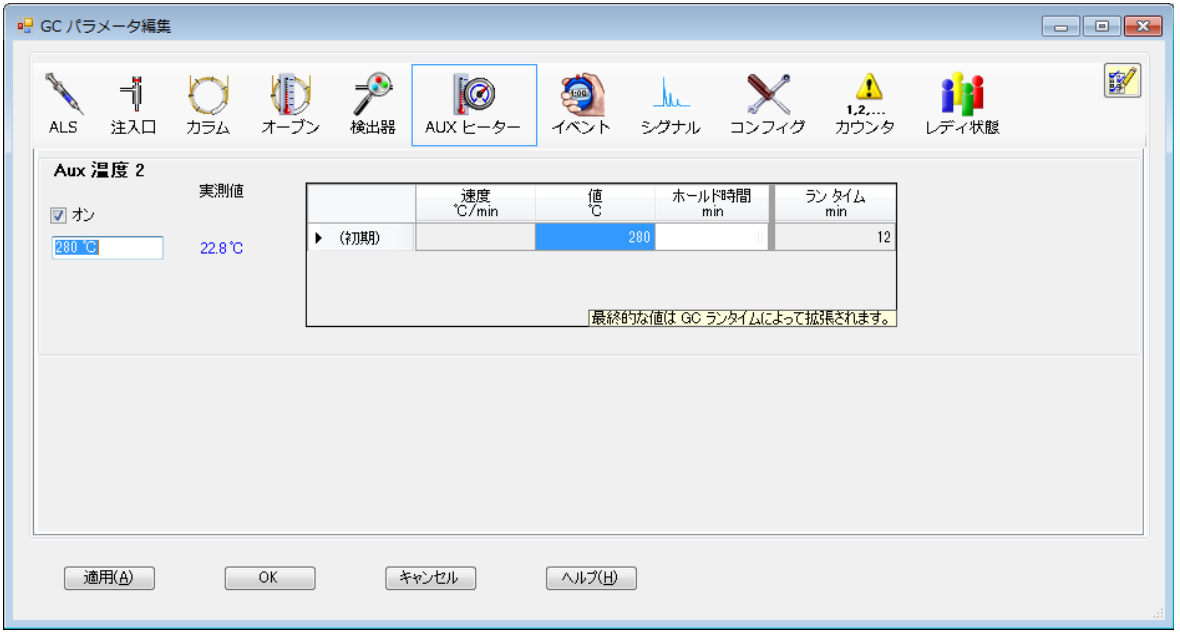

図 14　インターフェイス温度の設定

注意

キャリアガスがオンになり、カラムから空気が除去されたことを確認してから、GC/MS インターフェイスあるいは GC オーブンを加熱してください。

注意 GC/MS インターフェイス温度を設定する場合、カラムの最高使用温度を超えてはなりません。

3 ヒーターが**オン**であることを確認して、**[温度値]** 列に設定値を入力します。通常の設定値は 280 ℃ です。設定できる範囲は 0 ℃～400 ℃ です。設定値が周囲温度より低いとインターフェイスのヒーターがオフになります。

4 [**適用**] をクリックして設定値をダウンロードするか、[**OK**] をクリックして設定値をダウンロードしてからウィンドウを閉じます。

5 新規の設定をメソッドの一部とするには、[**メソッド**] メニューから [**メソッド上書き保存**] を選択します。

カラムをキャリブレーションする

キャピラリカラムを MS で使用する前にキャリブレーションしておく必要があります。

手順

1 データ測定をスプリットレスマニュアル注入に設定し、m/z 28 をモニタするようにリアルタイムプロットを設定します。

2 GC キーパッドの **[プレラン]** を押します。

3 1 µ L の空気を GC 注入口に注入し、**[測定開始]** を押します。

4 m/z 28 でピークが溶出するまで待ちます。リテンションタイムを書き留めます。

5 [**機器コントロール**] パネルで を選択します。

6 **[コンフィグレーション]** タブを選択します。

7 [**カラム**] タブを選択して、[**目録**] ボタンをクリックして、使用しているカラムが目録にあることを確認します。キャリブレーションするカラムを選択して、[**選択したカラムのインストール**] をクリックします。

8 目録にあるカラムを強調表示し、**[キャリブレーション]** ボタンを選択します。

9 [**長さを計算**] ボタンを選択します。

10 [**カラムの長さを計算**] ダイアログボックスの [**ホールドアップ時間**] フィールドに、記録されたリテンションタイムを入力します。記載されたその他のパラメータ（温度、注入口および出口圧力、ガスタイプ）が、ホールドアップ時間を判断するのに使用されたメソッドのものと同一であることを確認します。メソッドで使用されたものと異なるパラメータがあれば変更します。

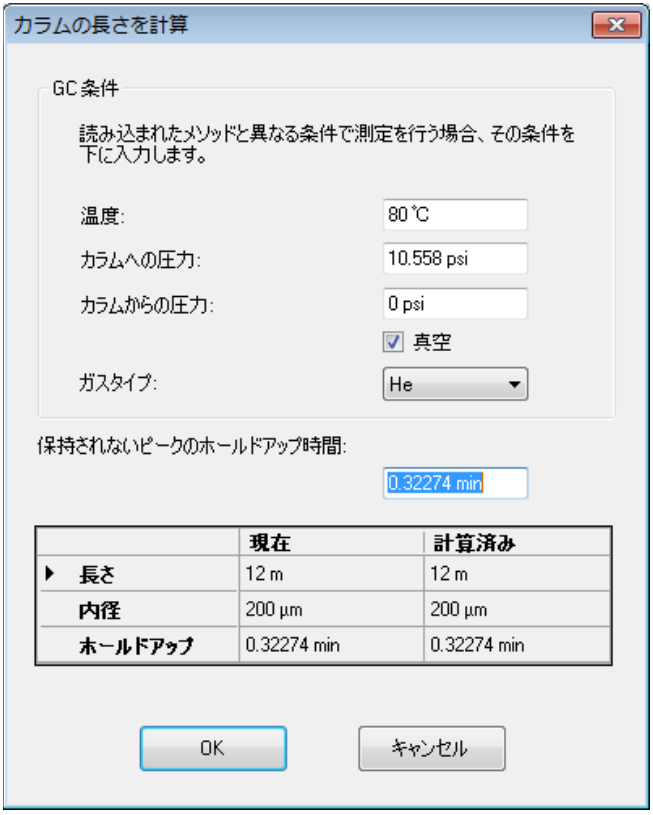

図 15　[カラムの長さを計算] ダイアログボックス

11 新しいカラムの長さが表示されたら、[**OK**] をクリックして変更を保存します。

12 [**カラムのキャリブレーション**] 画面で [**OK**] をクリックし、キャリブレーションを保存します。

コリジョンセルガスをコンフィグレーションする

1 [**MassHunter データ測定ワークステーション機器コントロール**] パネルで を選択します。

2 [**モジュール**] タブを選択して画面を開きます。図 16 を参照してください。

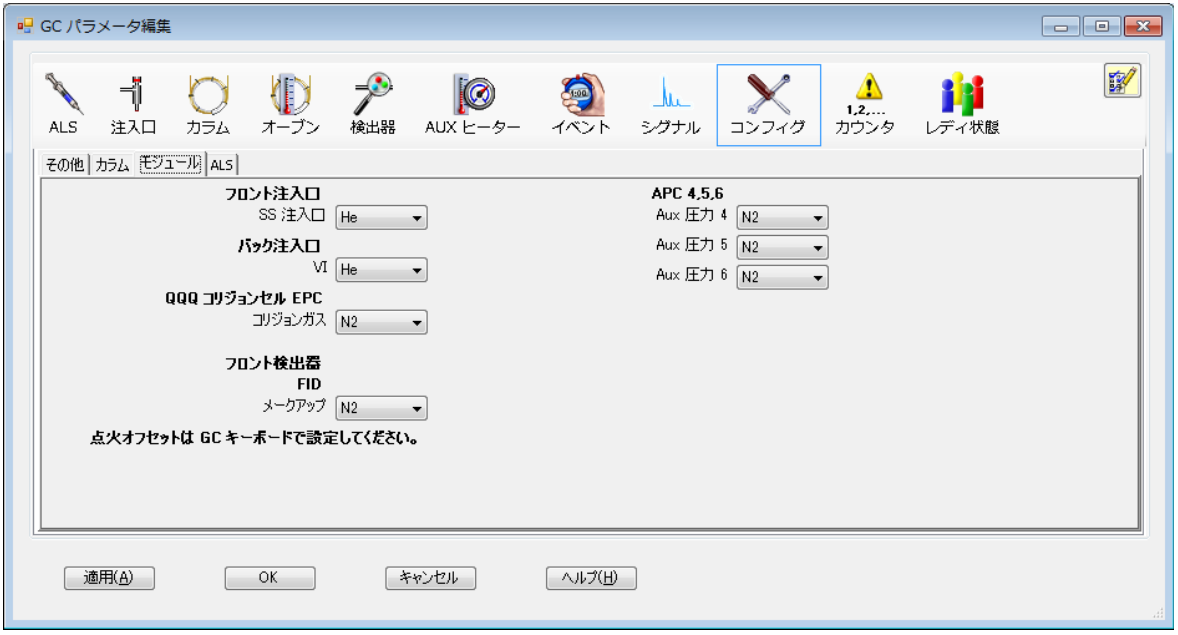

図 16 コリジョンセルガスのコンフィグレーション

3 [**コリジョンセル EPC**] ドロップダウンメニューで、コリジョンセルガスとして **N2** を選択します。

4 [**OK**] ボタンをクリックしてコンフィグレーションを保存します。

コリジョンセルガスの流量を設定する

1 [**MassHunter データ測定ワークステーション機器コントロール**] パネルで [**機器**] > [**GC パラメータ**] を選択します。

2 [**カラム**] アイコンをクリックして [**カラム**] 画面を開きます。図 17 を参照してください。

3 説明リストから [**コリジョンセル EPC**] を選択します。

4 [**N2 コリジョンガス**] フィールドに必要なガス流量を入力します。

5 N2 コリジョンガスフローを使用するには、[**N2 コリジョンガスオン**] チェックボックスをクリックします。

6 [**適用**] をクリックして設定値をダウンロードするか、[**OK**] をクリックして設定値をダウンロードしてからウィンドウを閉じます。

7 新規の設定をメソッドの一部とするには、[**メソッド**] メニューから [**メソッド上書き保存**] を選択します。

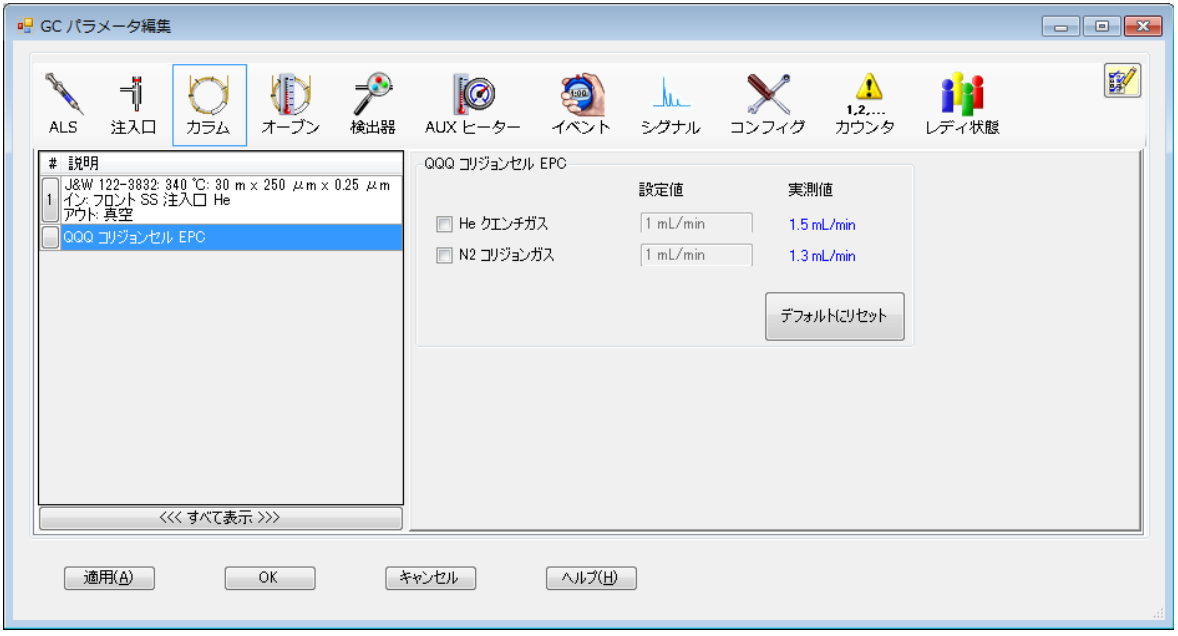

図 17　コリジョンセルガス流量の設定

EI モードで MS をオートチューニングする

MassHunter ワークステーションソフトウェアを使用して MS をチューニングできます。

手順

1 システムを、データを測定する時と同じ状態（GC オーブン温度およびカラム流量、MS アナライザ温度）に設定します。

2 **[機器コントロール]** パネルで **[MSチューニング]** アイコンをクリックし、**[GC/Q-TOFチューニング]** ダイアログボックスを表示します。

3 現在のチューニングファイルは **[GC/Q-TOF チューニング]** ダイアログボックスの左上隅に表示されます。正しいチューニングファイルがロードされていることを確認します。

4 必要に応じて、**[ファイルとレポート]** タブをクリックして **[読み込み]** ボタン(チューニングファイルエリア)をクリックして、新しいチューニングファイルを読み込みます。チューニングファイルを選択して、**[OK]** ボタンをクリックします。

チューニングファイルはアナライザのイオン源タイプと一致する必要があります。EI イオン源を使用している場合は、EI イオン源用に作成されたチューニングファイルを選択します。

5 **[オートチューニング]** タブをクリックし電圧を変化できる高感度エクストラクタ搭載 EI イオン源を使用している場合は、**[EI 高感度オートチューニング]** を選択します。

6 システムベント、メンテナンス、停電の後にシステムを再起動する場合は、**[デフォルト設定でチューニング]** チェックボックスを選択します。**[デフォルト設定でチューニング]** ボックスをオフにすると、前回のチューニング値を使用してオートチューニングプロセスが開始します。

7 オートチューニングで生成された新しいチューニングパラメータを保存するには **[完了時にチューニングファイルを保存]** チェックボックスを選択します。新たに生成したチューニングパラメータを保存する前に、オートチューニングレポートを確認する場合は、この項目を選択しないでください。

8 チューニングレポートを自動的に印刷するには **[オートチューニングレポートの印刷]** チェックボックスを選択します。

9 **[オートチューニング]** ボタンをクリックして、オートチューニングを開始します。**[ステータス]** 行にオートチューニングプロセスの現在のステップが表示され、そのステップのチューニング済みのパラメー

タのプロットが一番上のグラフに表示されます。上で指定されている場合は、オートチューニングの完了時に、チューニングレポートが印刷されます。

パラメータの自動選択が完了する前にオートチューニングを停止するには、[**オートチューニングの中断**] ボタンをクリックします。この場合、最後に正常に実行されたオートチューニングからのパラメータが使用されます。

10 チューニングレポートを確認します。結果が妥当で [**完了時にチューニングファイルを保存**] チェックボックスを選択しなかった場合には、[**ファイルとレポート**] タブをクリックし、[**保存**] ボタンをクリックしてオートチューニングを保存します。

チューニングに関するさらに詳しい情報については、MassHunter データ測定ワークステーションソフトウェアに添付のマニュアルまたはオンラインヘルプを参照してください。

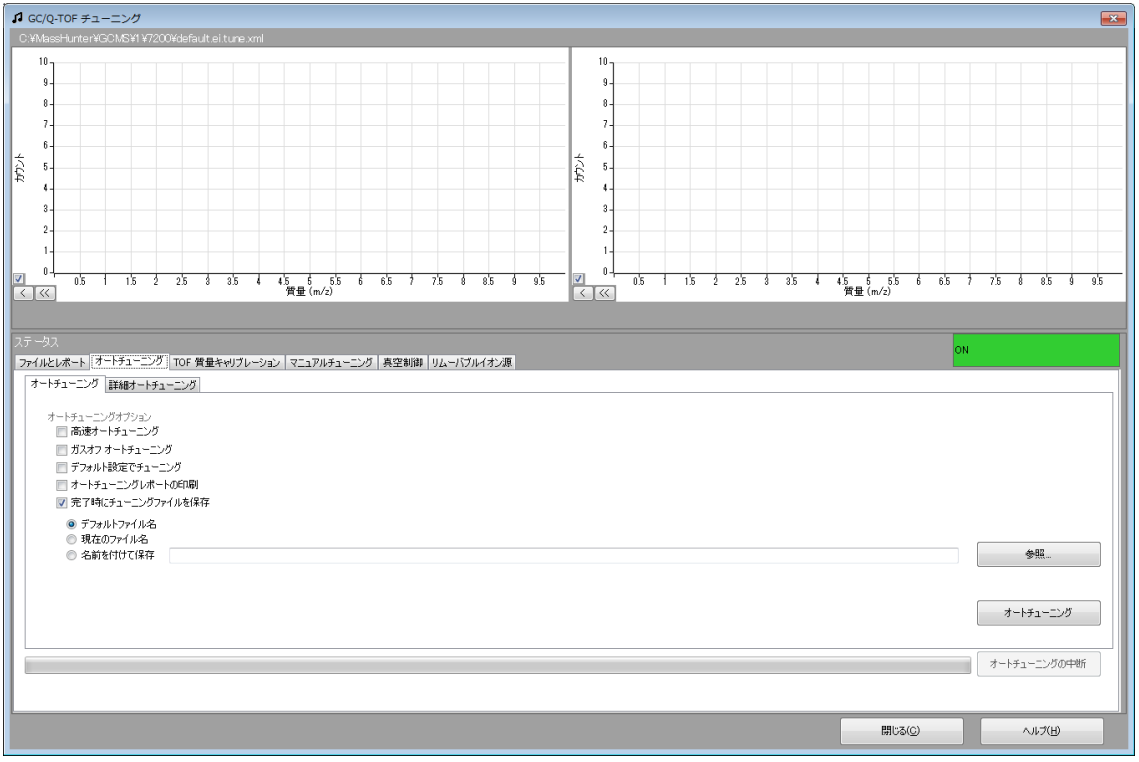

図 18　EI オートチューニング

上側 RIS カバーを取り外す

上側 RIS カバーは機器の正面にあります（図 19 ）。アナライザのカバー上のラッチへのアクセス、RIS プローブの接続、EI キャリブレーションバイアルへのアクセスが必要な場合は、カバーを取り外します。これ以外の理由で上側 RIS カバーを取り外さないでください。

手順

1 カバーの外側の隅を掴みます。

2 カバーをまっすぐ上に引っ張り、機器から取り外します。

図 19 上側 RIS カバー

アナライザサイドパネルにアクセスするためアナライザのカバーを開く

アナライザのカバー（図 20）を開いて、アナライザのサイドプレートにのみアクセスします。これは、真空排気中、またはアナライザのサイドプレートのつまみねじにアクセスする場合に必要です。これ以外の理由でアナライザのカバーを開けないでください。

手順

1 上側 RIS カバーを外して、アナライザのカバーラッチを操作できるようにします。60 ページの「上側 RIS カバーを取り外す」を参照してください。

2 機器の正面にあるアナライザのカバー上のラッチを開きます。

3 アナライザのカバーを開きます。

図 20　カバー

MS を真空排気する

警告 **お使いの MS が本章の導入部で挙げたすべての条件に合うか確認してから、MS を真空排気してください。条件に合っていないと、怪我につながる恐れがあります。**

警告 **この製品での水素ガスの使用は明確に禁じられています。**

警告 **アナライザ内部には危険な電圧がかかっており、致命傷につながる恐れがあります。いかなる理由でもアナライザのドアを開けないでください。アクセスする必要がある場合は、トレーニングを受けたサービスエンジニアが最初に機器を建物の電源から切断する必要があります。**

手順

1 アナライザのカバーを開いて、アナライザ四重極ドライバボードにアクセスします。61 ページの「アナライザサイドパネルにアクセスするためアナライザのカバーを開く」を参照してください。

2 電源コードを、アース処理されたコンセントに差し込みます。

3 Q-TOF 電源スイッチをオンにします（図 20 ）。

4 正しく密閉されていることを確認するために、アナライザ四重極ドライバボード上の金属ボックスを軽く押します

注意 **アナライザボードを押している間はフィラメントボードの安全カバーを押さないでください。安全カバーは、そのような圧力に耐えられる設計になっていません。**

フォアラインポンプがゴボゴボという音をたてます。この音は 1 分以内に止まるはずです。音が止まらない場合、システム内、おそらくサイドプレートのシールまたはインターフェイスカラムナットから大量の空気漏れがあります。

5 MassHunter データ測定プログラムを開始します。Q-TOF が EI イオン源と CI イオン源の両方用にコンフィグレーションされている場合、現在取り付けられているイオン源タイプを指定するように求められます。プロンプトが表示されたら、EI イオン源タイプまたは CI イオン源タイプをクリックします。

6 [**MS チューニング**] アイコンを**機器コントロール**パネルから選択します。

7 [**真空制御**] タブを選択します。

8 [**真空排気**] ボタンをクリックします。

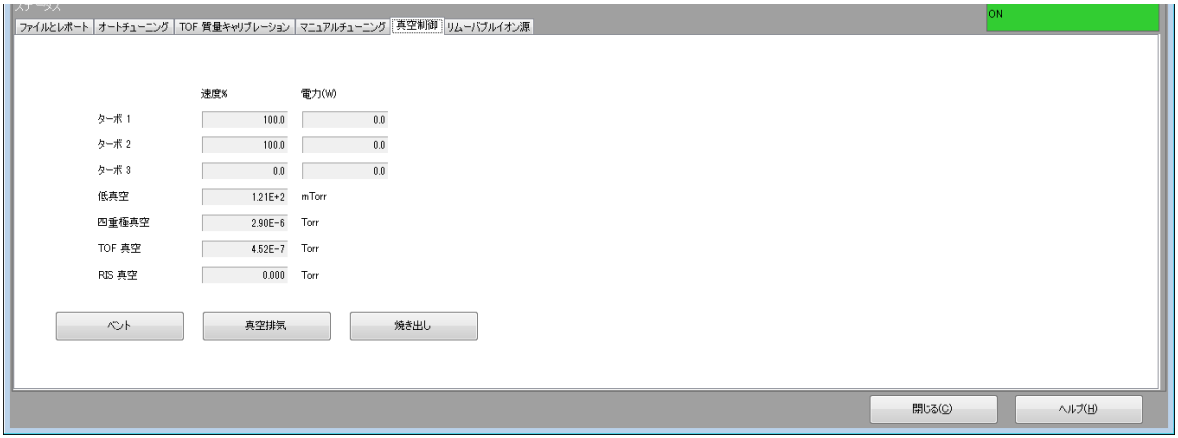

図 21　[真空制御] タブ

注意

キャリアガスを流すまで、全ての GC 加熱部分をオンにしないでください。キャリアガスの流入なしにカラムを加熱すると、カラムに損傷を与えます。

10 ～15 分の間に、ターボポンプの速度は 80% に上がるはずです（図 21）。ターボポンプ速度は最終的には 95%に達します。達しない場合、フォアラインポンプは自動的にシャットオフされます。この状態を回復するには MS の電源を切ってすぐに電源を入れ直してください。MS が正常に真空排気しない場合、空気漏れおよび他の真空問題に関するトラブルシューティング情報を参照してください。

9 真空ポンプを 15 分間動作させたら、キャリアガスフローをオンにします。

10 プロンプトが表示されたら、GC/MS インターフェイスヒーターと GC オーブンをオンにします。終わったら [**OK**] をクリックします。ソフトウェアがイオン源とマスフィルタ（四重極）ヒーターをオンにします。温度設定は現在のオートチューニングファイルに保存されています。

11 「**稼動 OK (Okay to run)**」のメッセージが表示されたら、MS が熱平衡状態になるまで 2 時間待ちます。MS が熱平衡に達する前に測定されたデータは再現できない場合があります。

12 MS をチューニングします（58 ページの「EI モードで MS をオートチューニングする」または84 ページの「CI オートチューニングを操作する」を参照してください）。

MS を大気開放する

手順

1 [**機器コントロール**] パネルから [**MS チューニング**] アイコンをクリックします。

2 [**真空制御**] タブを選択します。図 21 を参照してください。

3 GC/MS インターフェイスのヒーターおよび GC オーブンの温度を外気（室温）に設定します。

4 GC 温度が 30 ℃ に達したら、キャリアガスの流入を止めます。

5 [**ベント**] ボタンをクリックします。

警告　**この製品での水素ガスの使用は明確に禁じられています。**

注意　GC オーブンおよび GC/MS インターフェイスが冷却したことを確認してからキャリアガスの流入をオフにしてください。

6 MS の電源スイッチを押してオフにします(図 1 を参照してください)。

7 MS の電源コードを抜きます。

警告　**室温近くまでアナライザを冷却してから作業してください。**

注意　MS のベント中に、ワークステーションを [機器コントロール] 画面にしないでください。インターフェイスヒーターがオンになり、カラムに損傷を与える可能性があります。

4 化学イオン化（CI）モードで操作する

CI モードで操作するように MS を設定する 68
CI GC/MS インターフェイス 69
CI MS を操作する 71
CI モードの高真空圧 72
その他の試薬ガス 74
CI オートチューニング 76
フローコントロールモジュール 78
EI モードから CI モードへ切り替える 79
試薬ガス流量コントロールモジュールを操作する 81
試薬ガス流量を設定する 83
CI オートチューニングを操作する 84

本章では、化学イオン化（CI）モードでの 7200 QTOF GC/MS システムの操作に関する説明と情報を掲載しています。前章の情報の多くも関連しています。

内容の多くはメタンの化学イオン化に関連するものですが、あるセクションでは別の試薬ガスの使用について説明しています。

ソフトウェアには、試薬ガス流量の設定および CI オートチューニングの実行のための手順が含まれています。オートチューニングは、ポジティブ CI (PCI) の場合メタン試薬ガスを、ネガティブ CI (NCI) の場合、メタン、磯ブタン、アンモニア試薬ガスをサポートしています。

CI モードで操作するように MS を設定する

CI モードで操作するように MS を設定するには、汚染と空気漏れを回避するために次のような注意が特に必要です。

- 常に最高純度のメタン（該当する場合はその他の試薬ガスも）を使用する。メタンの純度は少なくとも 99.9995% である必要があります。
- CI モードに切り替える前に、MS が EI モードで正常に稼動することを常に確認する。
- CI イオン源が取り付けられていることを確認する。
- 試薬ガスの配管に空気漏れがないことを確認する。これは、PCI モードで判定され、メタンのプレチューニング後に m/z 32 を確認します。
- 試薬ガス注入口ラインにガスフィルターが装備されていることを確認する（アンモニアには必要ありません）。

CI GC/MS インターフェイス

CI GC/MS インターフェイス（図 22 ）は、MS 内部にキャピラリカラムを導入するための加熱されたガイドチューブです。アナライザの右側に O-リングを使ってねじで固定されており、保護カバーがついています。

インターフェイスの一方の端は、GC の側面を通ってオーブン内部に達します。ナットおよびフェラルでカラムを接続します。インターフェイスのもう一方の端はイオン源に挿入されています。ガイドチューブの端からキャピラリーカラムが 1～2 mm 出た状態でイオン化室に達しています。リムーバブルイオン源を変更する場合、インターフェイスは MassHunter ソフトウェアによって自動的にイオン源から引っ込みます。これにより、イオン源をアナライザ内で自由にスライドさせることができます。

試薬ガスもインターフェイスに配管されています。チップシールは、試薬ガスが先端から漏れないようにするものです。試薬ガスはインターフェイスから入り、キャリアガスおよびサンプルと混合されます。

GC/MS インターフェイスは電気カートリッジヒーターによって加熱されています。通常、ヒーターは、GC の加熱部、Thermal Aux #2 から電源供給され、制御されています。インターフェイス温度は MassHunter ワークステーションまたはガスクロマトグラフキーパッドから設定できます。インターフェイスのセンサー (熱電対) が温度をモニタします。

このインターフェイスは EI 操作にも使用できます。

インターフェイスは、250 ℃～350 ℃の範囲内で使用させています。この条件下では、インターフェイス温度が GC の最高オーブン温度より若干高温であることが必要ですが、「**絶対に**」カラムの最高使用温度を超えないように設定してください。

参考資料

32 ページの「GC/MS インターフェイスにキャピラリカラムを取り付ける」。

注意 GC/MS インターフェイス、GC オーブン、または注入口のいずれも、カラムの最高使用温度を超えてはなりません。

警告 **GC/MS インターフェイスは高温で動作します。高温時に触れると火傷を負います。**

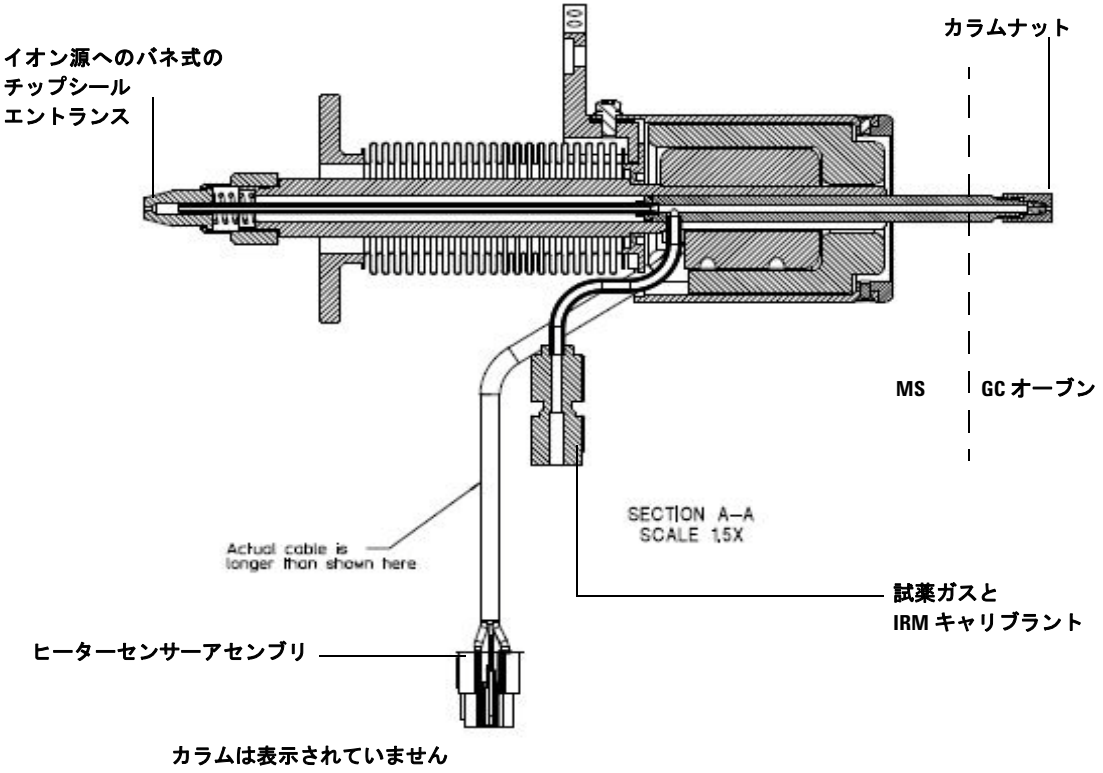

図 22 CI GC/MS インターフェイス

CI MS を操作する

GC/MS を CI モードで動作させるのは、EI モードより複雑です。チューニング後、ガスフロー、温度（表 5）、および電子エネルギーを特定の対象化合物に合わせて最適化する必要がある場合があります。

表 5　CI モードでの設定温度

	イオン源	アナライザ	GC/MS インターフェイス
PCI	300 ℃	150 ℃	280 ℃
NCI	150 ℃	150 ℃	280 ℃

CI モードでのシステム開始

システムを開始する際、PCI モードまたは NCI モードで始めることができます。用途に合わせて、システム開始時に次の試薬ガス流量を使用します。

- PCI モードには試薬ガス流量を 20（1 mL/min）に設定
- NCI モードには試薬ガス流量を 40（2 mL/min）に設定

CI モードの高真空圧

CI モードで動作圧力に最も大きな影響を与えるのは、試薬ガスおよびコリジョンセルガスの流量です。表 6 に、コリジョンセルガス流量に対応する、さまざまな試薬ガス流量の代表的な圧力値の一覧を示します。お客様がご自身で使用されるシステムの測定条件を熟知し、ガス流量の違いにおける真空度の変化をモニタしてください。異なる MS での測定では、最大 30%もの相違が生じます。

アナライザの真空と試薬ガス流量の関係

マスフローコントローラ（MFC）はメタン用にキャリブレーションされていて、真空ゲージは窒素用にキャリブレーションされているため、これらの測定は正確ではありませんが、一般的な値の目安を示すものです（表 6）。これらの値は以下の条件の組み合わせで必要とされます。これらは一般的な PCI での温度条件です。

ソース温度	300 ℃
四重極温度	150 ℃
インターフェイス温度	280 ℃～320 ℃
ヘリウムキャリアガス流量	1 mL/min

表 6　試薬ガス流量での典型的なアナライザ真空

	コリジョンセルガスフローオン N2 = 1.5 mL/min		コリジョンセルガスフローオフ	
MFC (%)	低真空	高真空	低真空	高真空
10	1.77×10^{-1}	7.15×10^{-5}	1.33×10^{-1}	2.56×10^{-6}
15	1.86×10^{-1}	7.19×10^{-5}	1.43×10^{-1}	3.00×10^{-6}
20	1.94×10^{-1}	7.23×10^{-5}	1.53×10^{-1}	3.45×10^{-6}
25	2.02×10^{-1}	7.27×10^{-5}	1.63×10^{-1}	3.86×10^{-6}

表 6　試薬ガス流量での典型的なアナライザ真空（続き）

	コリジョンセルガスフローオン N2 = 1.5 mL/min		コリジョンセルガスフローオフ	
MFC (%)	**低真空**	**高真空**	**低真空**	**高真空**
30	2.10×10^{-1}	7.31×10^{-5}	1.71×10^{-1}	4.30×10^{-6}
35	2.18×10^{-1}	7.39×10^{-5}	1.80×10^{-1}	4.76×10^{-6}
40	2.25×10^{-1}	7.43×10^{-5}	1.88×10^{-1}	5.18×10^{-6}

その他の試薬ガス

本節では、試薬ガスとしてイソブタンまたはアンモニアを使用する場合の説明をします。他の試薬ガスを使用する前に、CI の装備されている 7200 Q-TOF GC/MS でメタン試薬ガスを使用する操作に慣れる必要があります。

注意

試薬ガスとして亜酸化窒素を使用しないでください。フィラメントの寿命を著しく短くします。

メタンからイソブタンまたはアンモニアのどちらかに試薬ガスを変更すると、イオン化プロセスの化学反応が変化し別のイオンが生じます。発生する主な化学イオン化反応については、『Agilent 7200 Accurate-Mass Q-TOF GC/MS コンセプトガイド』に概要を説明します。化学イオン化の経験がない場合、上記の付録 A を読んでから次に進むことをお勧めします。

イソブタン CI

イソブタン（C_4H_{10}）は、一般的に化学イオン化スペクトルでフラグメンテーションを少なくする必要がある場合の化学イオン化に使用されます。これは、イソブタンのプロトン親和力がメタンより高いためです。このため、イオン化反応で変換されるエネルギーが少なくなります。

付加反応およびプロトン転移は、イソブタンで最もよく起こるイオン化メカニズムです。サンプルそのものが、最優先されるメカニズムに影響を与えます。

アンモニア CI

一般に、アンモニア（NH_3）は、化学イオン化でスペクトルをあまりフラグメント化したくないときに使用されます。これは、アンモニアのプロトン親和力がメタンより高いためです。このため、イオン化反応で変換されるエネルギーが少なくなります。

対象の化合物の多くがプロトンの親和力が不十分なため、アンモニアの化学イオン化スペクトルは、NH_4^+ の付加と、その後、場合によっては水脱離が起こります。アンモニア試薬イオンスペクトルは、NH_4^+、$NH_4(NH_3)^+$、および $NH_4(NH_3)_2^+$ に対応する m/z 18、35、52 の主要イオンを持ちます。

注意

アンモニアを使用すると、MS のメンテナンスにより多くのものが要求されます。詳細については、第 6 章「通常のメンテナンス」を参照してください。

注意

アンモニア供給の圧力は 5 psig 未満にする必要があります。これより高い圧力ではアンモニアが気体から液化します。

アンモニアボンベは、流量モジュールより低い位置で垂直に保ってください。アンモニアを供給する配管は、缶あるいはボトルに使用して、垂直にコイル状のに巻いてください。これにより液体状のアンモニアが流量モジュールに入らないようになります。

アンモニアは真空ポンプのオイルやシールを破壊させます。アンモニア CI では、頻繁に真空システムのメンテナンスを実施する必要があります（『Agilent 7200 Q-TOF GC/MS トラブルシューティングおよびメンテナンスマニュアル』を参照してください）。

注意

1 日に 5 時間以上アンモニアを流す場合、ポンプシールへの損傷を最小限にするため、フォアラインポンプは少なくても 1 日 1 時間、バラスト（空気で勢いよく流す）させなければなりません。アンモニアのフロー後は、常にメタンで MS をパージします。

5% のアンモニアと 95% のヘリウム、または 5% のアンモニアと 95% メタンを混合したものが、CI 試薬ガスとしてよく使用されます。これはアンモニアでの CI に十分で、アンモニアのマイナスの影響を最小限にします。

二酸化炭素 CI

二酸化炭素は CI の試薬ガスとしてよく使用されます。入手しやすさ、安全性の面で大きな利点があります。

CI オートチューニング

試薬ガス流量の設定後、MS のレンズと電子機器をチューニングする必要があります（表 7）。パーフルオロ -5,8- ジメチル -3,6,9- トリオキシドデカン（PFDTD）をキャリブラントとして使用します。真空チャンバー全体をあふれさせるのではなく、PFDTD はガスフローコントロールモジュールから使用して GC/MS インターフェイスを通ってイオン化室に直導かれます。

CI では、チューニングでの性能基準値はありません。CI オートチューニングの完了で、合格です。

注意

必ず EI モードでの MS の動作を確認してから CI モードに切り換えてください。

表 7 CI チューニングのデフォルト設定

パラメータ	メタン		イソブタン		アンモニア		EI
イオン極性	プラス	マイナス	プラス	マイナス	プラス	マイナス	N/A
エミッション	150 µA	50 µA	150 µA	50 µA	150 µA	50 µA	35 µA
電子エネルギー	150 eV	150 eV	150 eV	150 eV	150 eV	150 eV	70 eV
フィラメント	1	1	1	1	1	1	1 または 2
リペラ	3 V	3 V	3 V	3 V	3 V	3 V	30 V
イオンフォーカス	130 V	130 V	130 V	130 V	130 V	130 V	90 V
エントランスレンズオフセット	20 V	20 V	20 V	20 V	20 V	20 V	25 V

表 7 CI チューニングのデフォルト設定 （続き）

パラメータ	メタン		イソブタン		アンモニア		EI
シャットオフバルブ	開く	開く	開く	開く	開く	開く	クローズ
推奨流量	20%	40%	20%	40%	20%	40%	N/A
イオン源温度	250 ℃	150 ℃	250 ℃	150 ℃	250 ℃	150 ℃	230 ℃
四重極温度	150 ℃	150 ℃	150 ℃	150 ℃	150 ℃	150 ℃	150 ℃
インターフェイス温度	280 ℃	280 ℃	280 ℃	280 ℃	280 ℃	280 ℃	280 ℃
オートチューニング	Yes	Yes	No	Yes	No	Yes	Yes

N/A 使用不可

フローコントロールモジュール

CI 試薬ガス流量コントロールモジュールは、CI GC/MS インターフェイスへの試薬ガスのフローを制御します。フローモジュールは、マスフローコントローラ（MFC）、ガス選択バルブ、CI キャリブレーションバルブ、シャットオフバルブ、制御電子機器、配管で構成されます。

機器には、CI 試薬ガスを接続するための Swagelok 注入口フィッティングがあります。ソフトウェアでは CI 試薬ガスと呼ばれます。試薬ガスは 25～30 psi（170～205 kPa）で供給します。

EI モードから CI モードへ切り替える

注意　CI モードに切り替える前に、常に EI で GC/MS 操作を確認します。

注意　アナライザまたはアナライザの内側にある部品を扱うときは常に清潔な手袋を着用してください。

手順

1 イオン源を変更します。90 ページの「イオン源を変更する」を参照してください。

2 CIイオン源用のPCIメソッドまたはNCIメソッドを読み込みます。

3 [**機器コントロール**] パネルから [**MS チューニング**] アイコンをクリックして [**チューニング**] ダイアログボックスを表示し、[**オートチューニング**] タブを選択します。

メソッドによって、PCI オートチューニングまたは NCI オートチューニングと適切な試薬ガスが選択されます。

4 イオン源を変更したので、[**デフォルト設定からチューニング**] チェックボックスを選択します。

5 チューニングレポートを自動的に印刷するには [**オートチューニングレポートの印刷**] チェックボックスを選択します。

6 [**オートチューニング**] ボタンをクリックして、オートチューニングを開始します。オートチューニングの完了時にチューニングレポートが印刷されます。

7 チューニングレポートを確認します。結果が妥当であれば、[**ファイルとレポート**] タブをクリックし、[**保存**] ボタンをクリックしてオートチューニングを保存します。

表 8 CIオートチューニング用のデフォルトチューニングのコントロール範囲

試薬ガス	メタン		アンモニア	
イオン極性	プラス	マイナス	プラス	マイナス
アバンダンスターゲット	$1x10^6$	$1x10^6$	N/A	$1x10^6$
ピーク幅ターゲット	0.7	0.7	N/A	0.7
最大リペラ	4	4	N/A	4
最大エミッション電流、μA	240	50	N/A	50
最大電子エネルギー、eV	240	240	N/A	240

表 8 への注記:

- N/A は使用不可の意味です。
- **ターゲットアバンダンス** 必要な信号アバンダンスを得るためアバンダンス値を調整します。信号アバンダンスが高くなるとノイズアバンダンスも高くなります。
- **ターゲットピーク幅** ピーク幅値を大きくすると、高い感度が得られ、ピーク幅を小さくすると質量分解能が向上します。
- **最大エミッション電流** NCI のエミッション電流の最大値は化合物によって大きくかわるため、経験的に選択する必要があります。たとえば、農薬分析の場合、エミッション電流の最適値は、約 200 μA です。

試薬ガス流量コントロールモジュールを操作する

手順

1 [**機器コントロール**]パネルで、[**MS チューニング**]アイコンを選択して[**GC/Q-TOF チューニング**]ダイアログボックスを表示します。[**マニュアルチューニング**]タブの次に[**イオン源**]タブを選択して、イオン源パラメータを表示します。

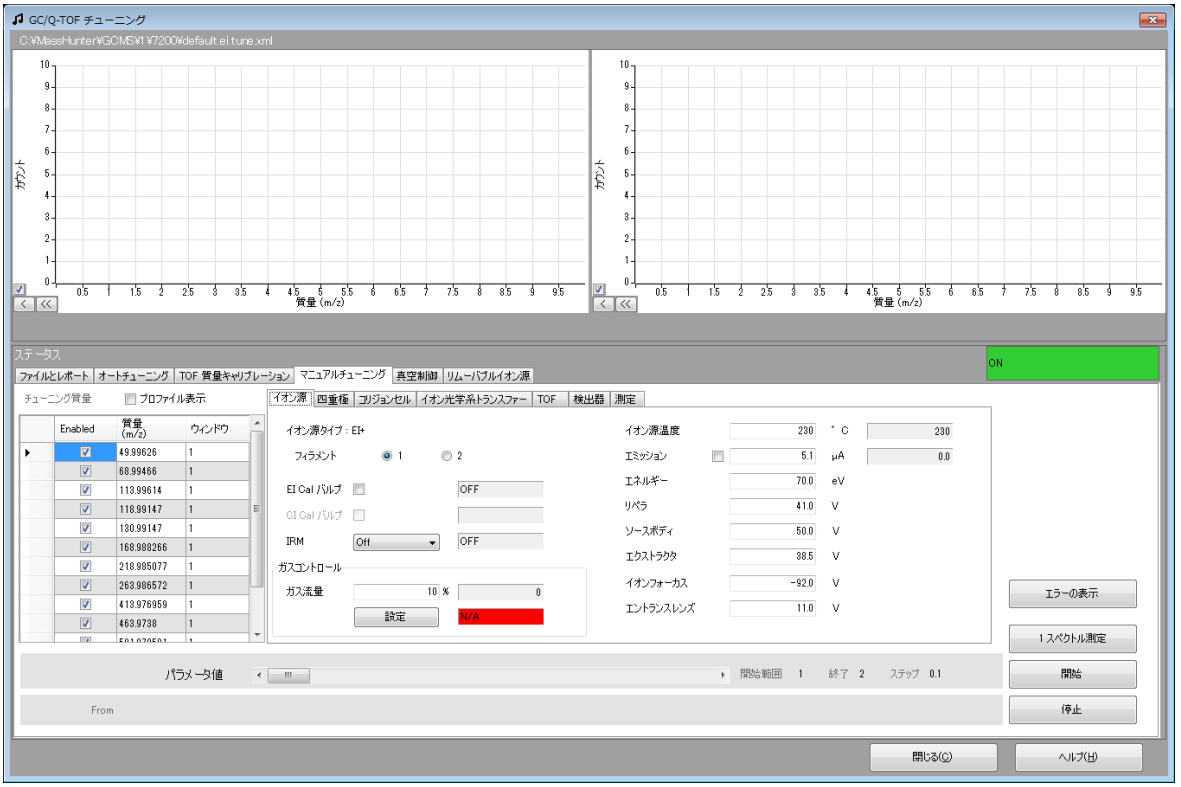

図 23　CI 流量コントロール

2 **[CI 試薬ガスコントロール]** エリアでパラメータを使用して試薬ガス流量を制御します。

CI 試薬 - ドロップダウンメニューから試薬ガスを選択します。

CI ガス流量 - 選択された試薬ガスの最大体積流量の割合を入力します。フローコントローラによって実際に移動した割合がこの入力の横に示されます。推奨値は PCI には 20%、NCI には 40% です。

[設定] ボタン - 選択した試薬ガス供給バルブを開け、試薬ガスの流量を入力した設定値に制御します。

[オフ] ボタン - 試薬ガス流量をオフにします。

[パージ] ボタン - 選択した試薬ガスバルブを 6 分間開け、システムの不要な化合物を排除します。

[ポンプアウト] ボタン - 試薬ガスバルブを 4 分間閉じ、システムから試薬ガスを排出します。ポンプアウトの最後に、選択した試薬ガスバルブが開きます。

試薬ガス流量を設定する

注意

システムを EI モードから CI モードに切り替えた後、なんらかの理由で大気開放した後には、チューニングを実行する前に、MS を少なくとも 2 時間は焼 き出しする必要があります。

注意

MS に空気の漏れまたは大量の水がある場合に CI オートチューニングを継続すると、**重大なイオン源の汚染が発生します。汚染が発生した場合、MS をベント**し、**イオン源を洗浄**しなければなりません。

手順

1 [**機器コントロール**] パネルで、[**MS チューニング**] アイコンを選択して [**GC/Q-TOF チューニング**] ダイアログボックスを表示します。[**マニュアルチューニング**] タブの次に [**イオン源**] タブを選択して、イオン源パラメータを表示します。

2 [**CI 試薬ガスコントロール**] エリアで、使用する [CI **試薬ガス**] を選択します。

3 試薬ガス流量設定を [**CIガスの流量**] フィールドに入力します。この値は、最大流量の割合として入力されます。推奨流量は、PCI イオン源は 20%、NCI イオン源は 40% です。

4 [**設定**] ボタンをクリックします。[**流量設定**] が表示されます。

   試薬ガスは、設定値の横に表示されている流量でイオン源に流入します。

5 [**ファイルとレポート**] タブをクリックしてから、[**保存**] ボタンをクリックして、現在読み込んでいるチューニングファイルへの変更を保存します。

CI オートチューニングを操作する

注意 必ず EI モードでの MS の動作を確認してから CI モードに切り換えてください。

注意 CI の場合、必要以上にチューニングを行わないでください。チューニング回数を抑えることで、PFDTD のバックグラウンド値を低く抑え、イオン源の汚染を防ぐことができます。

手順

1 最初に EI モードで MS が正常に稼動していることを確認します。

2 **[MS チューニング]** アイコンをクリックして（**[機器コントロール]** パネル）、**[GC/Q-TOF チューニング]** ダイアログボックスを表示します。

3 必要に応じて、［**ファイルとレポート**］タブをクリックして［**読み込み**］ボタン（**チューニングファイル**エリア）をクリックして、新しいチューニングファイルを読み込みます。チューニングファイルを選択して、[**OK**] ボタンをクリックします。

チューニングファイルは、アナライザのイオン源のタイプと一致する必要があります。CIイオン源では、ポジティブCIイオン源またはネガティブCIイオン源で作成したチューニングファイルを選択します。

4 ［**オートチューニング**］タブをクリックして、ポジティブCIイオン源には［**PCIイオン源**］を、ネガティブCIイオン源には［**NCIイオン源**］を選択します。

5 **[CI 試薬ガス]** エリアのドロップダウンメニューから使用している試薬ガスを選択します。

6 チューニングのログファイルと関連データファイルが必要な場合、**[ファイルとレポート]** タブと **[ログファイル]** セクションをクリックし、**[参照]** ボタンをクリックしてログ用のディレクトリとファイルを作成します。必要なログファイルとデータファイルのチェックボックスをクリックします。

7 ［**マニュアルチューニング**］タブをクリックして、［**イオン源**］タブを選択します。**[CI 試薬ガス]** セクションで、**[CI ガス流量]** に PCI イオン源には 20%、NCI イオン源には 40% を入力します。［**オートチューニング**］タブをクリックして、オートチューニングに戻ります。

8 システムのベント、修理または停電後にシステムを再起動する場合は、［**デフォルト設定でチューニング**］チェックボックスをオンにします。[**デフォルト設定でチューニング**] ボックスをオフにすると、前回のチューニング値を使用してオートチューニングプロセスが開始します。

9 ［**完了時にチューニングファイルを保存**］チェックボックスをオンにして、オートチューニングによって生成された新しいチューニングパラメータを保存します。新しく生成されたチューニングパラメータを保存する前にオートチューニングレポートを確認する場合には、この項目は選択しません。

10 [**オートチューニングレポートの印刷**] チェックボックスをオンにすると、チューニングレポートが自動的に印刷されます。

11 ［**オートチューニング**］ボタンをクリックして、オートチューニングを開始します。[ステータス] 行にオートチューニングプロセスの現在のステップが表示され、そのステップのチューニング済みのパラメータのプロットが一番上のグラフに表示されます。上で指定されている場合は、オートチューニングの完了時に、チューニングレポートが印刷されます。

自動パラメータ選択が完了する前にオートチューニングを停止するには、[**オートチューニングの中断**] ボタンをクリックします。その場合、正常に完了した最新のオートチューニングパラメータが使用されます。

12 チューニングレポートを確認します。結果が妥当で [**完了時にチューニングファイルを保存**] チェックボックスを選択しなかった場合には、[**ファイルとレポート**] タブをクリックし、[**保存**] ボタンをクリックしてオートチューニングを保存します。

5
リムーバブルイオン源の使用

リムーバブルイオン源 88
イオン源を変更する 90
RIS 交換ツールを取り付ける 93
アナライザからイオン源を取り外す 95
RIS 交換ツールのイオン源を変更する 97
イオン源をアナライザに取り付ける 99
機器から RIS 交換ツールを取り外す 100

本章では、リムーバブルイオン源の機能の使用方法について説明します。

リムーバブルイオン源

リムーバブルイオン源（RIS）は、RIS 交換ツールを使用して機器をベントすることなくイオン源を変更できる、Agilent 7200 Q-TOF GC/MS の機能です。イオン源は、日常のクリーニングとメンテナンス、またはイオン化モードを変更するために、MS から定期的に取り外す必要があります。新しい RIS により、これらの作業を完了するために必要なダウンタイムを最小限にすることができます。このプロセスは、MassHunter ワークステーションソフトウェアの指示に従って実施できます。パージ、バルブ操作、真空排気ステップは自動的に行われます。

RIS 交換ツールは、イオン源に取り付けるための RIS バイオネット、イオン源を機器に挿入したり、取り外したりするためのハンドル、取り外し前にイオン源を冷却するための冷却チャンバーから構成されます（図 24）。プロセス全体の手順は MassHunter ワークステーションソフトウェアに表示されます。

イオン源を交換している間、RIS 冷却チャンバーはベントし窒素でパージするために取り付けられています。自動ゲートバルブで冷却チャンバーを閉じると機器から分離され、このプロセス中に機器をベントする必要がありません。容量の小さい RIS 冷却チャンバーだけがベントされます。

注意

ソフトウェアおよびファームウェアは定期的に改訂されます。これらの手順が MassHunter ワークステーションソフトウェアの手順と合わない場合、お使いのソフトウェアの詳細情報が記載されたマニュアルおよびオンラインヘルプを参照してください。

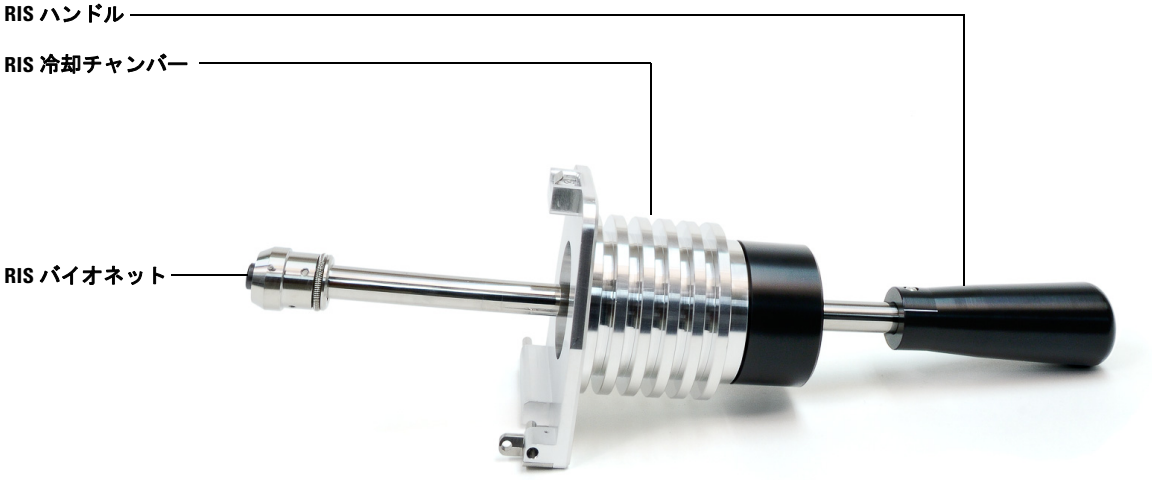

図 24 RIS 交換ツール

イオン源を変更する

ここでは、イオン源を変更するために必要なステップを示します。このステップは、MassHunter ワークステーションソフトウェアで対話型で実行することもできます。RIS 交換ツールを使用してイオン源の取り外しと取り付けを行う以外のプロセスは、ほぼ自動化されています。チャンバーのパージ、イオン源の冷却、真空排気はすべて、ワークステーションソフトウェアを使って実行されます。

手順

1 [MassHunter データ測定ソフトウェア] コントロール画面から、**[MS チューニング]** アイコンをクリックして **[GC/Q-TOF チューニング]** ダイアログボックスを表示します。

2 **[GC/Q-TOF チューニング]** 画面の **[リムーバブルイオン源]** タブをクリックします（図 25）。

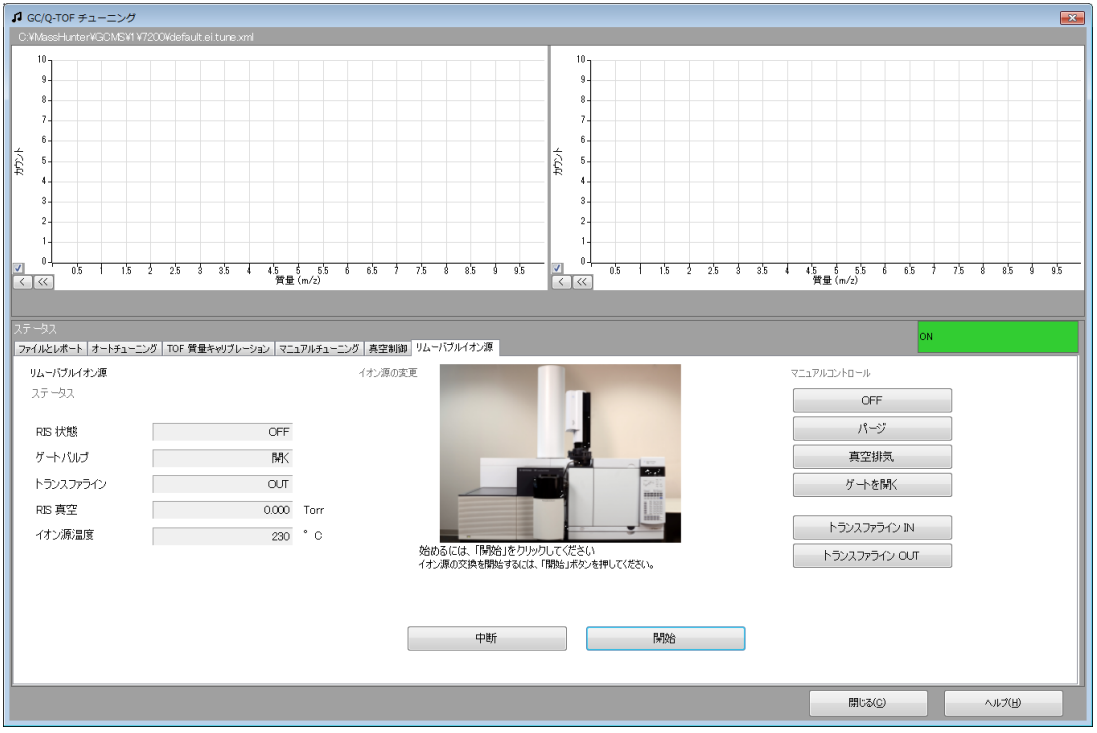

図 25 [GC/Q-TOF チューニング] ダイアログボックス

3 **[開始]** ボタンをクリックして、機器をパージします。

4 プロンプトが表示されたら、RIS チャンバードアを外し、RIS 交換ツールを取り付けます。93 ページの「RIS 交換ツールを取り付ける」を参照してください。

5 **[次へ]** をクリックして、チャンバーをパージし、真空排気します。

6 システムでイオン源を取り外す準備ができたら、**[次へ]** をクリックします。トランスファラインが GC 側に引っ込み、ゲートバルブが開きます。

RIS ステータスが **[ゲートバルブ]** は **[開く]**、**[トランスファライン]** は **[OUT]** になります。

7 プロンプトが表示されたら、イオン源を取り外します。95 ページの「アナライザからイオン源を取り外す」を参照してください。

8 イオン源が RIS 冷却チャンバーに完全に引き込まれたら、**[次へ]** をクリックしてゲートバルブを閉じ、冷却チャンバーをパージします。パージには約 10 分かかります。

9 プロンプトが表示されたら、冷却チャンバーを開き、イオン源を変更します。97 ページの「RIS 交換ツールのイオン源を変更する」を参照してください。

10 イオン源を交換し、冷却チャンバーのドアを固定したら、**[次へ]** をクリックしてパージと真空排気を行います。

11 システムでイオン源の取り付け準備ができたことを示すプロンプトが表示されたら、**[次へ]** をクリックします。トランが GC 側に引っ込み、ゲートバルブが開きます。

12 プロンプトが表示されたら、イオン源をアナライザに取り付けます。99 ページの「イオン源をアナライザに取り付ける」を参照してください。

13 RIS **ステータス**に、イオン源の温度にイオン源温度が再度表示されたことを確認します。これにより、イオン源がソケットに完全に挿入されたことを確認できます。

注意

イオン源が完全に取り付けられていないと、閉じるときにゲートバルブにぶつかる可能性があります。RIS、バルブ、トランスファラインが損傷する場合があります。

14 **[次へ]** をクリックしてゲートバルブを閉じ、RIS 冷却チャンバーをベントします。

15 RIS 交換を取り外し、RIS チャンバーカバーを元に戻します。100 ページの「機器から RIS 交換ツールを取り外す」を参照してください。

16 **[次へ]** をクリックして RIS チャンバーカバーの後方のチャンバーを真空排気します。

17 プロンプトが表示されたら、**[完了]** をクリックします。

RIS 交換ツールを取り付ける

この手順は、MassHunter によって制御される一連の自動ステップの一部です。MassHunter から RIS カバードアを取り外すように求めるプロンプトが表示されない限り、この手順を実行しないでください。

手順

1. MassHunter によってプロンプトが表示されたら、上側 RIS カバーを取り外します（60 ページの「上側 RIS カバーを取り外す」を参照してください）。
2. RIS カバードアの右側の掛け金を外します。
3. ドアを開きます。
4. RIS カバードアをまっすぐ上に持ち上げて、ドアをヒンジ金具から外し、ドアを取り外します。

注意

機器の RIS カバーを外したままにしないでください。カバーを取り外した場合は、機器内の汚染を最小限に抑えるため、RIS 交換ツールをできるだけすみやかに取り付けてください。

5. RIS 交換ツールのハンドルを持ち、RIS 冷却チャンバーを機器の RIS チャンバーに直面するように配置します。冷却チャンバーの外側エッジを機器の正面の RIS チャンバーの開口部と同じ高さにあるようにし、機器の正面に対してハンドルを垂直にします。
6. 交換ツールのヒンジ金具を機器のヒンジ金具のスロットにあわせます。
7. 掛け金をとめます。
8. 冷却チャンバードアを閉じ、ドアが閉じて、固定されました。
9. 90 ページの「イオン源を変更する」の手順 5 に戻ります。

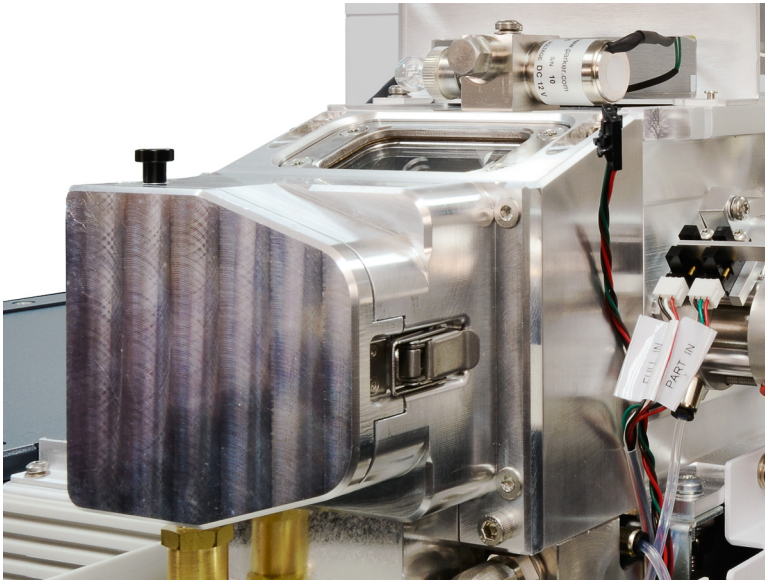

図 26 RIS カバードア

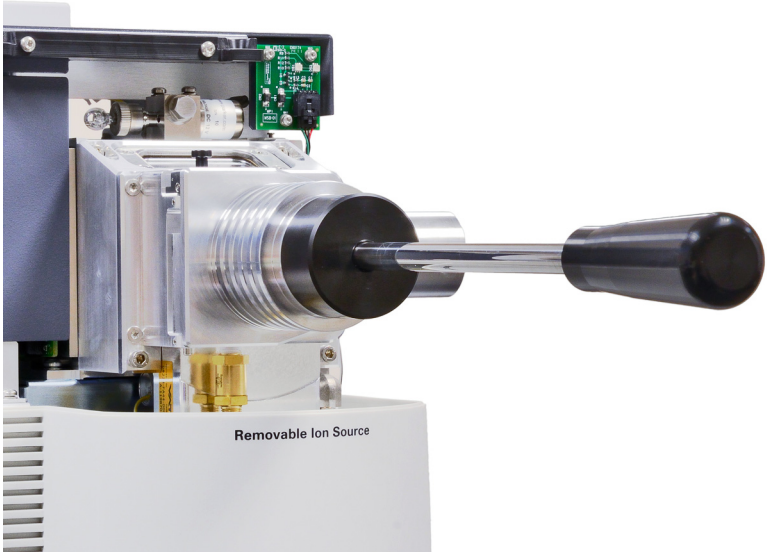

図 27 RIS 交換ツールの装着

アナライザからイオン源を取り外す

この手順は、MassHunter によって制御される一連の自動ステップの一部です。MassHunter からプロンプトが表示されない限り、この手順を実行しないでください。**[GC/Q-TOF チューニング]** タブの [RIS **ステータス**] エリアで、**[ゲートバルブ]** が **[開く]**、**[トランスファライン]** が **[OUT]** になっている必要があります。

手順

1 RIS ハンドルを持ち、位置合わせガイド（RIS ハンドル上の白線）をハンドルの上部から 2 時の位置まで回します。これにより、イオン源にバイオネットを取り付けるための正しい位置に、RIS バイオネットが配置されます。

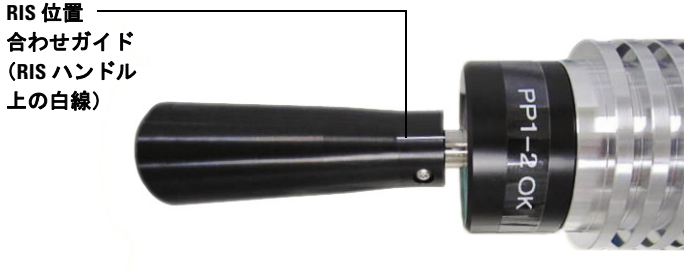

図 28　RIS 位置合わせガイド

注意

RIS ハンドルを伸ばす際、側面から揺さぶったり押したりしないでください。シールが破れ、冷却チャンバーに空気が入る可能性があります。

注意

イオン源を手動で導こうとしないでください。RIS ハンドルを静かに押して、RIS バイオネットがひとりでにスライドするようにします。自然に動くようになっていれば、RIS バイオネットはまっすぐにスライドします。

2 RIS ハンドルを定位置で保持しながら、RIS ハンドルを静かに押して、RIS バイオネットをアナライザ内に伸ばします。RIS ハンドルを完全に伸ばして、RIS バイオネットがイオン源本体の穴に正しく装着してください。

3 イオン源が正しく装着されたら、位置合わせガイドが 12 時の位置に来るまで RIS ハンドルを反時計回りに回して、イオン源を定位置に固定します。

4 位置合わせガイドを 12 時の位置に保ったまま、RIS ハンドルを手前に引いて、イオン源を RIS 冷却チャンバーに引き込みます。

5 90 ページの「イオン源を変更する」の手順 8 に戻ります。

RIS 交換ツールのイオン源を変更する

この手順は、MassHunter によって制御される一連の自動ステップの一部です。MassHunter からプロンプトが表示されない限り、この手順を実行しないでください。[**GC/Q-TOF チューニング**] タブの [RIS **ステータス**] エリアで、[**ゲートバルブ**] が [**開く**]、[**RIS 真空**] が **0.000 Torr** になっている必要があります。

注意

イオン源のメンテナンスが正しく実行されないと、MS の汚染につながる場合があります。イオン源を取り扱うときは常に清潔なゴム手袋を着用してください。

1. RIS 冷却チャンバーの右端の留め金を外します。
2. RIS 冷却チャンバーを、RIS ハンドルが機器の正面と並行になるまで開きます。
3. RIS 冷却チャンバーを、ヒンジ金具のロックピンがかみ合うまで十分に開いて、開いたままの状態にします。

警告

7200 Q-TOF GC/MS は高温度で動作します。イオン源が安全な温度まで冷却されてから、イオン源を RIS 冷却チャンバーから取り出してください。

4. 片方の手で RIS ハンドルをつかみ、もう片方の手でイオン源本体をつかみます。
5. イオン源をしかっりと持って、位置合わせガイドが 2 時の位置に来るまで RIS ハンドルを反時計回りに回します。これにより、RIS バイオネット上のピンが、イオン源本体上のトラックから導びかれます。
6. イオン源を RIS バイオネットから静かに引き出し、傍らに置きます。
7. 保管コンテナから新しいイオン源を取り出します。イオン源はフタに固定されています。フタを時計回りにねじると、イオン源はフタから外れます。
8. 位置合わせガイドが 2 時の位置に来るまで RIS ハンドルを回します。

9 RIS バイオネット上のピンを、イオン源本体の端にあるトラックに導びきます。

10 イオン源をしっかりと持ち、位置合わせガイドが 12 時の位置に来るまで RIS ハンドルを反時計回りに回して、イオン源をバイオネットにしっかりと固定します。

11 RIS ハンドルを完全に引っ込めて、イオン源を RIS 冷却チャンバー内に完全に収めます。

12 RIS 冷却チャンバーのヒンジ金具のロックピンを持ち上げ、回して閉じます。

13 RIS 冷却チャンバーを、ドアの右側の留め金で機器に固定します。

14 90 ページの「イオン源を変更する」の手順 10 に戻ります。

イオン源をアナライザに取り付ける

この手順は、MassHunter によって制御される一連の自動ステップの一部です。MassHunter からプロンプトが表示されない限り、この手順を実行しないでください。[**GC/Q-TOF チューニング**] タブの [RIS **ステータス**] エリアで、[**ゲートバルブ**] が [**開く**]、[**トランスファライン**] が [**OUT**] になっている必要があります。

注意

RIS ハンドルが伸びているときに機器の前を通る場合は、機器に損傷を与えないように注意してください。RIS ハンドルは、閉じたとき、機器の正面から 19 インチ（約 48 cm）突き出でています。

注意

イオン源を手動で導こうとしないでください。RIS ハンドルを静かに押して、RIS バイオネットがひとりでにスライドするようにします。自然に動くようになっていれば、RIS バイオネットはまっすぐにスライドします。

手順

1. RIS ハンドル上の位置合わせガイドが 12 時の位置に来るようにします。RIS ハンドルをアナライザに静かに押し込んで、アナライザ内に伸ばします。これにより、イオン源がソケットにしっかりと装着されます。
2. RIS ハンドルが完全に伸びたら、位置合わせガイドが 2 時の位置に来るまで RIS ハンドルを時計回りに回して、イオン源本体を RIS バイオネットから離します。
3. RIS ハンドルを、RIS 冷却チャンバーに完全に引っ込むまで手前に引きます。
4. 90 ページの「イオン源を変更する」の手順 13 に戻ります。

機器から RIS 交換ツールを取り外す

この手順は、MassHunter によって制御される一連の自動ステップの一部です。MassHunter からプロンプトが表示されない限り、この手順を実行しないでください。**[GC/Q-TOF チューニング]** タブの [RIS **ステータス**] エリアで、**[ゲートバルブ]** が **[開く]**、**[RIS 真空]** が **0.000 Torr** になっている必要があります。

警告 **7200 Q-TOF GC/MS は高温度で動作します。RIS 冷却チャンバーが安全な温度になってから、RIS 冷却チャンバーを機器から取り外します。**

1. RIS 交換ツールの右側のラッチを外し、ドアを開きます。
2. RIS 交換ツールを持ち上げて、留め金から離します。
3. RIS 交換ツールを外し、RIS チャンバードアを取り付けます。
4. RIS　チャンバードア上のヒンジ金具を機器のヒンジ金具のスロットと合わせ、ピンを下げてヒンジに入れます。
5. RIS チャンバードアを閉じ、ドアを右側の留め金で固定します。
6. 90 ページの「イオン源を変更する」の手順 16 に戻ります。

6
通常のメンテナンス

始める前に 102
真空システムのメンテナンス 107
アナライザのメンテナンス 108
EI イオン源を分解する 110
EI イオン源を組み立てる 112
CI イオン源を分解する 114
CI イオン源を組み立てる 116
イオン源を洗浄する 118
フィラメントを取り外す 122
フィラメントを取り付ける 124

始める前に

MS で必要なメンテナンスの大半はお客様によって実施できます。安全のため、本章に書かれていることをすべて読んでから、メンテナンス作業を行ってください。

メンテナンス スケジュール

通常のメンテナンス作業は、表 9 に記載されています。これらの作業を定期的に実行すると、稼働上の問題を減らし、システムの寿命を延ばし、全体コストを軽減できます。

システムのパフォーマンス（チューニングレポート）と、施したメンテナンス作業を記録してください。それにより、不具合発生時の対応が容易になります。

表 9　メンテナンスのスケジュール

作業	毎週	6 か月ごと	毎年	随時
MS のチューニング				X
フォアラインポンプのオイルレベルを確認	X			
キャリブレーションバイアルの確認		X		
フォアラインポンプのオイル交換*		X		
フォアラインポンプの確認				X
イオン源の洗浄				X
GC および MS のキャリアガストラップの確認				X
消耗部品の交換				X
RIS プローブ上のガスケットの確認			X	
IRM バイアルの確認		X		
GC ガス配管の交換				X

* または必要に応じて

工具および消耗品

必要な工具および消耗品は、GC のシッピングキット、MS のシッピングキット、MS のツールキットに入っています。その他のものは、お客様にてご用意ください。メンテナンスの各手順には、その手順に必要な用具の一覧が書かれています。

高電圧への注意

MS がコンセントにつながれていると、電源スイッチがオフであっても、電源コードが機器に入っている場所と電源スイッチの間にある配線やヒューズには危険な電圧（AC120 V、または、AC200/240 V）が残留している可能性があります。

電源スイッチがオンになっている時、以下にコンセントからの電圧が供給されている可能性があります。

- 電子回路基板
- トロイド変圧器
- 基板間のケーブル
- MS のバックパネルにある基板とコネクタの間のケーブル
- バックパネルにあるコネクタ（フォアライン電源コンセントなど）

通常、こうした部分はすべて、安全カバーで覆われています。安全カバーが適切な位置にある限り、感電する可能性はありません。

警告

本章の手順で指示されていない限り、MS の電源スイッチがオンになっている状態、電源にプラグが差し込まれている状態でメンテナンスを行わないでください。

本章に書かれている手順のいくつかは、電源スイッチがオンの状態で、MS の内部に触れる必要があります。こうした手順の際に、エレクトロニクスの安全カバーを取り外さないでください。感電の危険を減らすため、手順に従うよう注意してください。

高温部分への注意

MS における多くの部分が、深刻な火傷の原因となるほど高い温度に達する、もしくはそうした温度で稼働しています。そうした部分には以下のものが含まれます。しかしこれらがすべてではありません。

- GC/MS インターフェイス
- アナライザ部の部品
- 真空ポンプ

警告 **MS がオンの時、これらの部分に触らないでください。MS をオフにした後、十分な時間がたって冷めてからメンテナンスしてください。**

警告 **GC/MS インターフェイスヒーターは通常、GC により制御されています。インターフェイスヒーターは、MS がオフであってもオンにでき、高い温度になり危険です。GC/MS インターフェイスは断熱されています。オフになった後も、冷却されるまで時間がかかります。**

警告 **動作中のフォアラインポンプに触れると火傷をする恐れがあります。**

GC の注入口とオーブンも、非常に高い温度で稼働します。これらの部分にも、同じように注意してください。詳細に関しては、GC に備え付けのマニュアルを参照してください。

化学物質の残留

サンプルのほんの一部だけが、イオン源によってイオン化されます。サンプルの大半は、イオン化されることなくイオン源を通過し、真空システムによって吸われます。その結果、フォアラインポンプからの排気には、キャリアガスとサンプルの残留物が含まれます。排気にはフォアラインポンプオイルの細かい粒子も含まれます。

オイルトラップは、標準のフォアラインポンプに付いています。このトラップは、ポンプオイルの細かい粒子だけを止めます。その他の化学物質はトラップされません。有毒な溶剤を使用する場合、または有毒化学薬品を分析する場合は、このオイルトラップは使用しないでください。ホースを取り付けて、フォアラインポンプからの排気を、屋外や屋外排出用の換気ドラフトに排出してください。そのためにはオイルトラップを取り外す必要があります。地域の大気汚染に関する規制に必ず従ってください。

警告

オイルトラップは、フォアラインポンプオイルのみを止めます。有毒な化学物質を止めたり除去することはありません。有毒な溶剤を使用する場合、または有毒化学薬品を分析する場合は、ホースを使用して安全な場所に排出してください。

フォアラインポンプのオイルには、分析されたサンプルの残留物が含まれます。使用されているポンプのオイルはすべて、危険だとみなして扱う必要があります。使用済みのオイルは、地域の規制で指定されている通り処理してください。

警告

ポンプのオイルを交換する際は、適切な耐化学物質手袋と安全メガネを着用してください。決してオイルに触れないようにしてください。

イオン源の洗浄

CI モードでの MS を操作すると、イオン源の洗浄がより頻繁に必要になります。CI にはより高いイオン源圧が必要であるために、CI モードではイオン源室が EI 操作より早く汚染されます。

警告

危険な溶媒を使用するメンテナンス手順は、常に換気ドラフトの下で行ってください。MS はよく換気された部屋で使用してください。

アンモニア

試薬ガスとしてアンモニアを使用する場合は、フォアラインポンプのメンテナンスの必要性が増します。アンモニアを使用すると、フォアラインポンプのオイルが化学変化しやすくなります。そのため、標準のフォアライン真空ポンプのオイルをより頻繁に確認し、交換する必要が出てきます。

アンモニアの使用後は、常にメタンで MS をパージします。

アンモニアのタンクは縦に置いて取り付けてください。液体アンモニアがフローモジュールに入るのを防ぎます。

真空システムのメンテナンス

定期的なメンテナンス

真空システムのメンテナンスには、定期的に行う必要のあるものがあります（表 9 を参照してください）。それには以下のものがあります。

- フォアラインポンプの液体の色とレベルの確認（毎週）
- キャリブレーションバイアルの確認（6 か月ごと）
- フォアラインポンプオイルとオイルトラップの交換（6 か月ごと、または必要に応じて）

こうした作業がスケジュール通りに実行されないと、機器の性能の低下につながる可能性があります。機器の損傷につながる可能性もあります。

その他の作業

イオン真空ゲージの交換といった作業は、認定された Agilent サービスエンジニアが必要な場合にのみ実行します。こうしたメンテナンスが必要な場合の症状については、『Agilent 7200 Accurate-Mass Q-TOF GC/MS トラブルシューティングおよびメンテナンスマニュアル』および MassHunter ワークステーションソフトウェアのオンラインヘルプを参照してください。

その他の情報

真空システムの部品の位置や機能に関する詳細については、『Agilent 7200 Accurate-Mass Q-TOF GC/MS トラブルシューティングおよびメンテナンスマニュアル』を参照してください。

本章の手順の大半は、『Agilent GC/MS Hardware User Information & Instrument Utilities』および『7200 Q-TOF GC/MS User Information』ディスクのビデオクリップで説明されています。

アナライザのメンテナンス

スケジュール

アナライザのコンポーネントは、定期的なメンテナンスを必要としません。ただし、MS の挙動がそれらを必要であると示したとき実施する必要がある作業がいくつかあります。それは以下のようなものです。

- イオン源の洗浄
- フィラメントの交換

アナライザのメンテナンスが必要になる場合の症状については、『Agilent 7200 Accurate-Mass Q-TOF GC/MS トラブルシューティングおよびメンテナンスマニュアル』に記載されています。MassHunter ワークステーションソフトウェアのオンラインヘルプにあるトラブルシューティングの項には、より詳細な情報があります。

メンテナンス時のトラブル防止

アナライザのメンテナンス中は、コンポーネントを清潔に保ちます。アナライザを絶対に開けないでください。このドアからアクセスできる部品には、ユーザーがサービス可能な部品はありません。

注意

アナライザのメンテナンスが正しく実行されないと、MS の汚染につながる場合があります。

警告

アナライザは高温で稼働します。冷却したことを確認するまでどの部分にも触れないでください。

静電気

アナライザコンポーネントと接続している配線、接触部、ケーブルは、接続している電子基板に静電気（ESD）を起こす可能性があります。これは特にマスフィルタ（四重極）およびコリジョンセルと接触しているケーブルに当てはまります。こうしたケーブルは、四重極ドライバボードの傷つきやすい部品に ESD をもたらす可能性があります。ESD によ

る損傷は、すぐに故障の原因にはならないかもしれません。しかし徐々に、性能と安定性を低下させます。

注意

アナライザのコンポーネントへの静電気は四重極ドライバボードに伝わり、静電気に弱いコンポーネントを損傷する可能性があります。アナライザで作業を行うときには、接地された帯電防止リストストラップを着用し、その他の静電防止の予防措置を取ってください。

支障があってはいけないアナライザ部品

マスフィルタ（四重極）およびコリジョンセルは、定期的なメンテナンスを必要としません。通常、マスフィルタには決して支障があってはなりません。万一極端に汚染されたら洗浄することはできますが、そのような洗浄は必ず弊社カスタマコンタクトセンターにご依頼ください。HED セラミックインシュレータには決して触れてはいけません。

注意

マスフィルタを不適切に扱ったり洗浄すると、マスフィルタを損傷し、機器のパフォーマンスに深刻なマイナスの影響を及ぼす場合があります。決してアナライザのドアを開けて HED セラミックインシュレータに触れないでください。

その他の情報

アナライザの部品の位置や機能に関する詳細については、『Agilent 7200 Accurate-Mass Q-TOF GC/MS コンセプトガイド』を参照してください。

EI イオン源を分解する

準備するもの

- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 六角ボールドライバ、1.5 mm（8710-1570）
- 六角ボールドライバ、2.0 mm（8710-1804）
- 両口スパナ、10 mm（8710-2353）
- ナットドライバ、5.5 mm（8710-1220）
- ピンセット（8710-2460）

手順

1 イオン源を取り外します。90 ページの「イオン源を変更する」を参照してください。

2 フィラメントを取り外します。122 ページの「フィラメントを取り外す」を参照してください。

3 イオン源本体からイオンフォーカスおよびインシュレータアセンブリを分離します（図 29 を参照してください）。

4 イオンフォーカスインシュレータから 2 本のネジを外し、イオンフォーカスレンズから分離します。

5 エクストラクタレンズとそのインシュレータをイオン源本体から取り外します。

6 イオン源本体の下部にある RIS バイオネットマウントから 2 本のネジを外し、RIS バイオネットマウントを取り外します。

7 リペラアセンブリをイオン源本体から取り外します。

8 リペラ、リペラキャップ、リングヒーター、センサーアセンブリを分離して、リペラアセンブリを分解します（図 29 を参照してください）。

9 固定用のネジを外し、リペラキャップからクロックボタンを取り外します（図 29 を参照してください）。

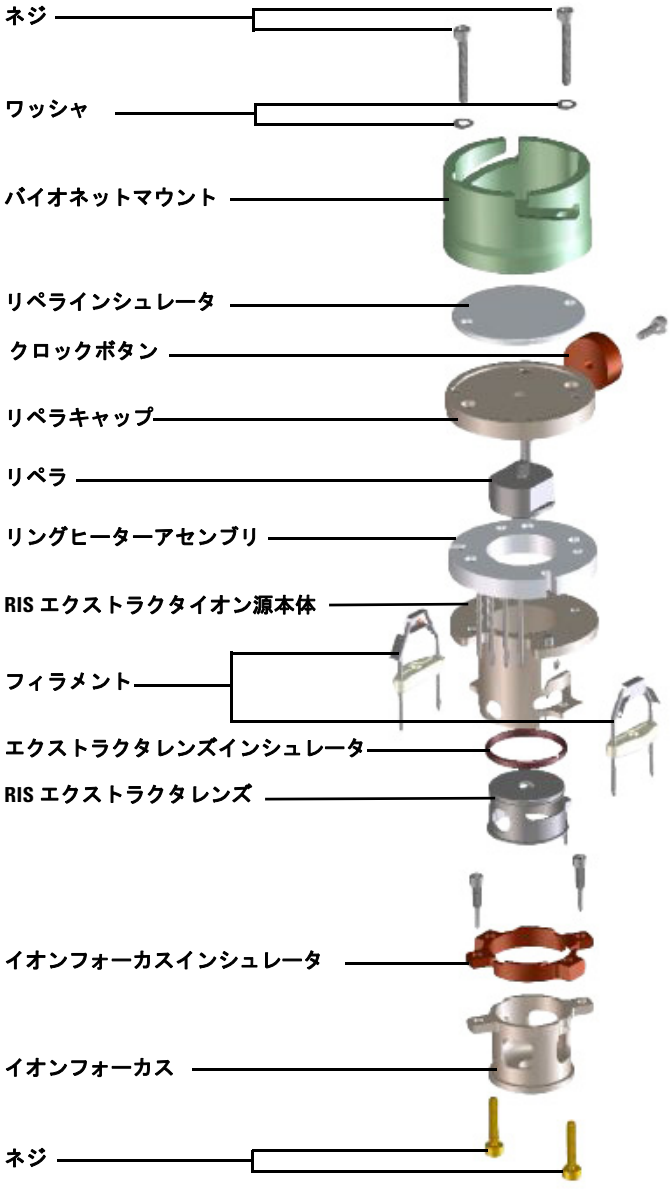

図 29 EI イオン源の分解

EI イオン源を組み立てる

準備するもの

- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 六角ボールドライバ、1.5 mm（8710-1570）
- 六角ボールドライバ、2.0 mm（8710-1804）
- 両口スパナ、10 mm（8710-2353）

手順

注意

アナライザ部分で作業を行うときは汚染を避けるために清潔な手袋を常に着用してください。

1. リペラをリペラキャップに取り付け、クロックボタンをネジで留めて、リペラアセンブリを組み立てます。
2. ヒーターセンサーとイオン源本体の位置を調整します。
3. リペラキャップをヒーターセンサー上にスライドし、ネジ穴を合わせながらセラミック製リペラインシュレータを配置します。
4. RIS　バイオネットマウントをセラミック製リペラインシュレータの上部に配置し、ワッシャとネジで取り付けます。
5. エクストラクタレンズインシュレータをエクストラクタレンズに取り付け、イオン源本体の反対側までスライドさせます（図 29）。
6. イオンフォーカスインシュレータをイオンフォーカスレンズ上に配置し、2 本のネジで取り付けます。
7. イオンフォーカスアセンブリを、イオン源本体上のエクストラクタレンズアセンブリの一番上にセットします。
8. フィラメントを 2 本のネジで取り付けます。

注意

取り付け中は、リペラナットを締めすぎないでください。締めすぎると、イオン源が高熱になった時にセラミック製リペラインシュレータが壊れます。ナットは必ず指で締めてください。

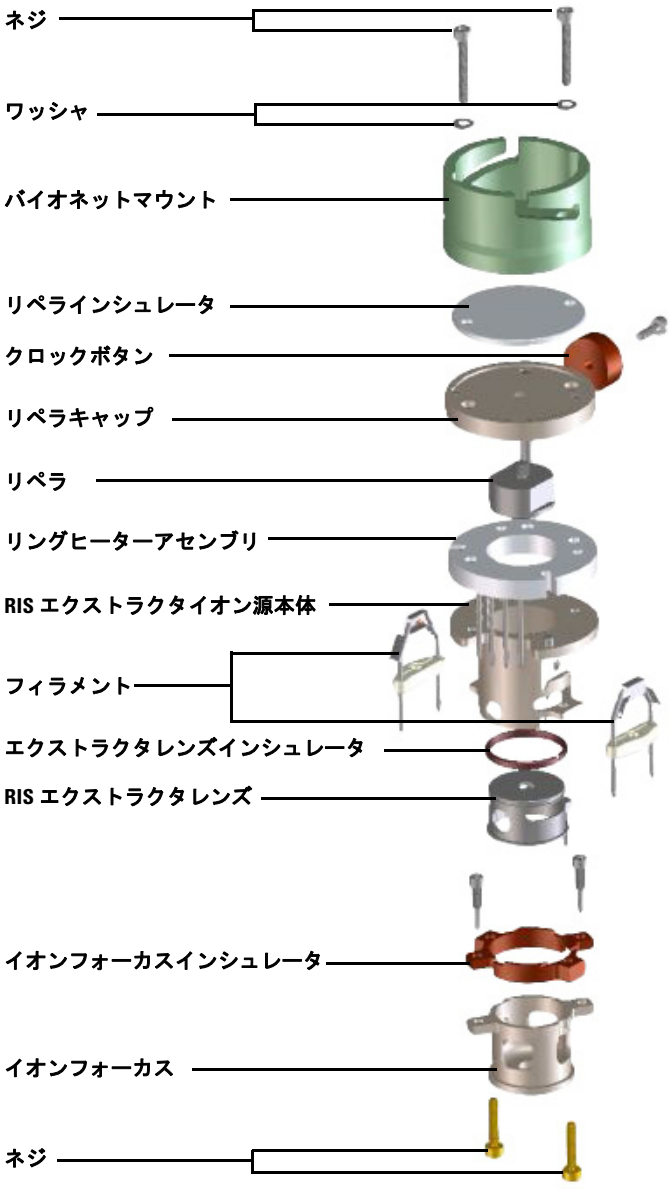

図 30　EI イオン源の組み立て

CI イオン源を分解する

準備するもの

- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 六角ボールドライバ、1.5 mm（8710-1570）
- 六角ボールドライバ、2.0 mm（8710-1804）
- 両口スパナ、10 mm（8710-2353）
- ナットドライバ、5.5 mm（8710-1220）
- ピンセット（8710-2460）

手順

1. CI イオン源を取り外します。90 ページの「イオン源を変更する」を参照してください。
2. フィラメントを取り外します 122 ページの「フィラメントを取り外す」を参照してください。
3. イオンフォーカスレンズおよびインシュレータを取り外します（図 31 を参照してください）。
4. イオンフォーカスレンズインシュレータから 2 本のネジを外し、イオンフォーカスレンズから分離します。
5. RIS バイオネットマウントから 2 本のネジを外し、リペラアセンブリを取り外します。
6. リペラからセラミックインシュレータとヒーターアセンブリを取り外して、リペラアセンブリを分解します（図 31 を参照してください）。
7. リペラをイオン源本体から分離します。

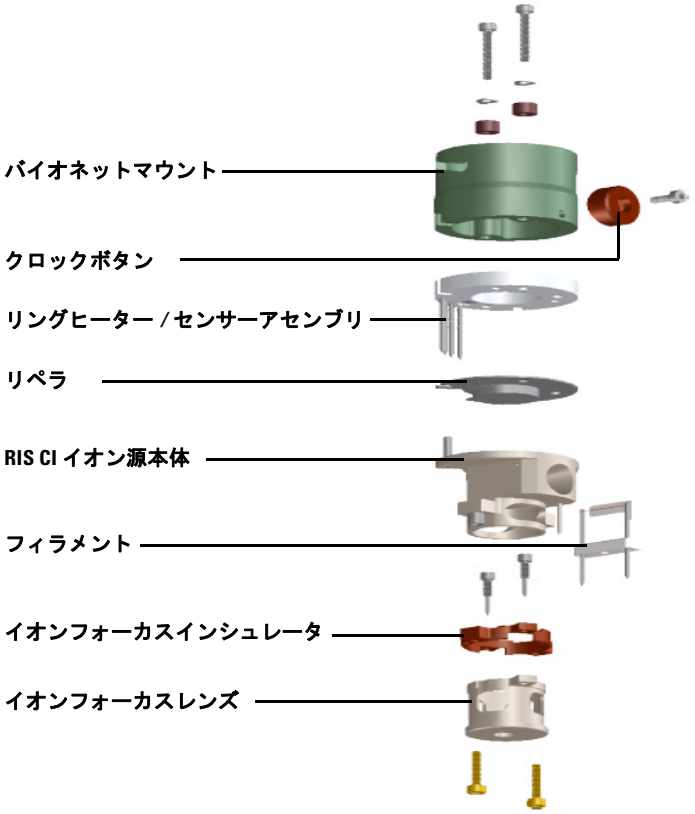

図 31 CI イオン源の分解

CI イオン源を組み立てる

準備するもの

- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 六角ボールドライバ、1.5 mm（8710-1570）
- 六角ボールドライバ、2.0 mm（8710-1804）
- 両口スパナ、10 mm（8710-2353）

手順

注意 **アナライザ部分で作業を行うときは汚染を避けるために清潔な手袋を常に着用してください。**

1. セラミックヒーターアセンブリを、リペラ上の溝をヒーターアセンブリ上のスロットに合わせて、リペラの上部に配置します。（図 32 ）
2. リペラをイオン源本体上に配置します。（図 32 ）
3. 組み立てた部品を RIS バイオネットマウントの、最初にヒーター側に配置します。
4. イオン源本体のインターフェイスソケットを RIS バイオネットマウントの位置決め溝に合わせます。2 本のネジで取り付けます。
5. イオンフォーカスとイオンフォーカスインシュレータを一緒に配置し、2 本のネジで取り付けます。

注意 **取り付け中は、リペラナットを締めすぎないでください。締めすぎると、イオン源が高熱になった時にセラミック製リペラインシュレータが壊れます。ナットは必ず指で締めてください。**

6. フィラメントを定位置にセットします。
7. イオンフォーカスアセンブリを、インシュレータをイオン源本体に接触させた状態で、イオン源本体に配置します。すべてのピンが同じ方向を向いていることを確認します。
8. 2 本のネジで取り付けます。

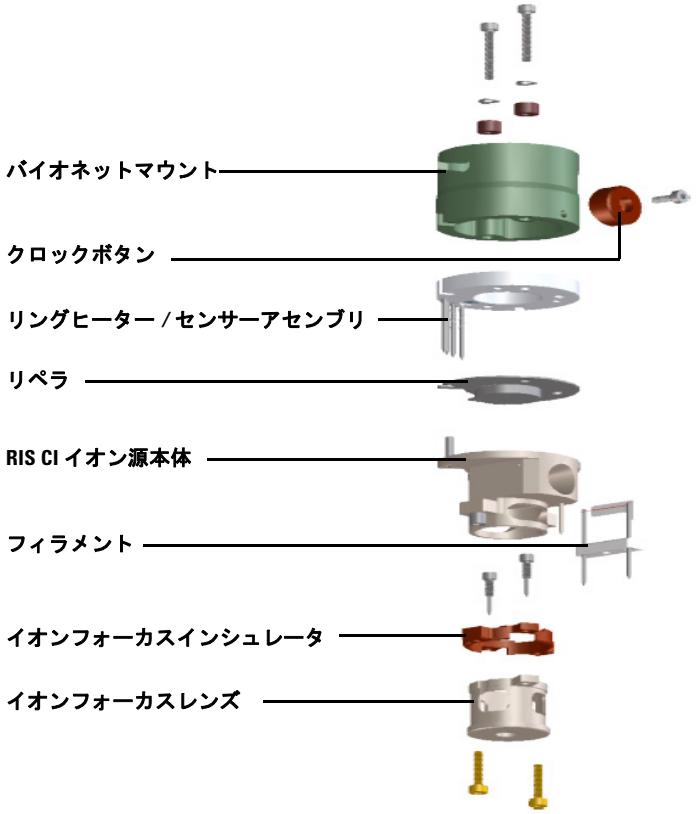

図 32 CI イオン源を組み立てる

イオン源を洗浄する

洗浄の頻度

CI イオン源は EI イオン源より大幅に高い圧力で使用するので、EI イオン源より頻繁に洗浄が必要になります。イオン源の洗浄は定期的に実施するものではありません。イオン源が汚染したことによる性能の低下が見られるときイオン源を洗浄してください。イオン源が汚染していることを示す症状については、『7200 Q-TOF GC/MS トラブルシューティングおよびメンテナンスマニュアル』を参照してください。

CI イオン源の汚れ具合については、外観では正確に調べることはできません。CI イオン源の変色がほんのわずかな場合や、変色がまったくない場合でも、洗浄が必要になることがあります。必要性の判断は分析操作で判断できます。

準備するもの

- 研磨紙（5061-5896）
- アルミナ質研磨材（8660-0791）
- 清潔なアルミホイル
- 清潔な布地（05980-60051）
- 消毒綿（5080-5400）
- ガラス製ビーカー、500 mL
- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 溶媒
  - アセトン、試薬用
  - メタノール、試薬用
  - 塩化メチレン、試薬用
- 超音波浴

準備

1 イオン源を分解します。110 ページの「EI イオン源を分解する」または114 ページの「CI イオン源を分解する」を参照してください。

2 高感度エクストラクタ EI イオン源を洗浄する場合は、洗浄する次の部品を集めます。（図 33 ）
   - リペラ
   - イオン源本体
   - エクストラクタレンズ
   - イオンフォーカスレンズ

   CI イオン源を洗浄する場合、洗浄が必要なのは以下の部品です。
   - リペラ
   - イオン源本体
   - イオンフォーカスレンズ

これらの部品はサンプルまたはイオンビームに接触します。この他の部品は、通常は洗浄を必要としません。

注意

インシュレータが汚れている場合は、試薬用メタノールで湿らせた消毒綿で洗浄します。それでもインシュレータがきれいにならない場合は、これを交換します。インシュレータは、研磨材で、または超音波によって洗浄してはいけません。

CI イオン源の洗浄は EI イオン源の洗浄とほぼ同一ですが、次の例外があります。

- CI イオン源は汚染されているように見えなくても、化学イオン化による堆積物がある場合、その除去は非常に困難です。CI イオン源を完全に洗浄します。
- 丸い木製の爪楊枝を使用してイオン源本体の電子入口の穴を注意して洗浄します。
- ハロゲン化された溶媒は使用しないでください。最後にヘキサンで洗い流します。

注意

CI イオン源の洗浄にハロゲン化された溶媒は使用しないでください。

図 33 洗浄するエクストラクタ EI イオン源部品

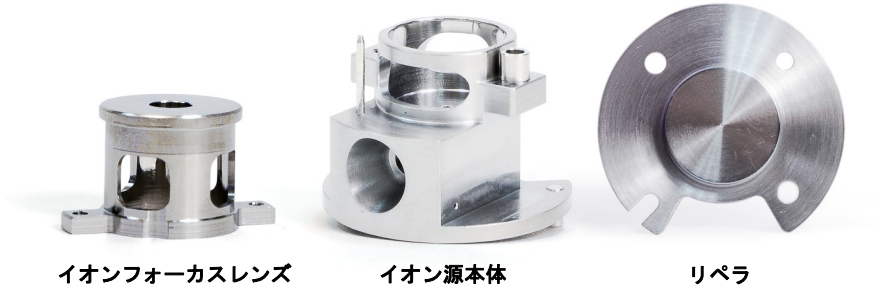

図 34 洗浄する CI イオン源部品

注意

フィラメント、イオン源ヒーターアセンブリ、およびインシュレータは、超音波で洗浄することはできません。これらのコンポーネントに重大な汚染が起きたら、これらを交換します。

3 オイルがアナライザに逆流するなどの重大な汚染の場合は、汚染された部品の交換を検討してください。

4 サンプルまたはイオンビームに接触する表面を研磨剤で洗浄します。

アルミナ粉末の研磨用スラリーと試薬用メタノールを消毒綿につけて使用します。十分力を入れて変色をすべて取り除きます。部品は磨く必要はありません。小さな傷がついても性能には影響しません。また、フィラメントからの電子がイオン源本体に入る部分の変色も研磨剤で洗浄します。

5 残留した研磨剤を試薬用メタノールで洗い流します。

残留した研磨剤は、超音波洗浄の前に必ずすべて洗い流します。メタノールが曇ったり粒子が見える場合は、再び洗います。

6 研磨剤により洗浄された部品と、研磨剤で洗浄されていない部品を分離します。

注意

アナライザ部分で作業を行うときは汚染を避けるために清潔な手袋を常に着用してください。

7 次の溶媒の中で、部品を各グループごとに 15 分ずつ超音波洗浄します。

- 塩化メチレン（試薬用）
- アセトン（試薬用）
- メタノール（試薬用）

警告

これらの溶媒はすべて危険です。換気ドラフトの中で作業し、適切な予防措置をすべて取ってください。

8 部品をきれいなビーカーの中に置きます。清潔なアルミホイルで、光沢のない方を下にして、ビーカーをゆるく覆います。

9 洗浄済みの部品を、100 ℃ のオーブンで 5～6 分乾燥させます。

フィラメントを取り外す

準備するもの

- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 六角ボールドライバ、1.5 mm（8710-1570）
- ピンセット（8710-2460）

手順

注意

アナライザ部分で作業を行うときは汚染を避けるために清潔な手袋を常に着用してください。

1 イオン源を取り外します。90 ページの「イオン源を変更する」を参照してください。

2 フィラメントをイオン源本体に固定しているネジを外します（図 35 を参照してください）。

3 フィラメントをイオン源アセンブリからスライドさせて外します（図 35 を参照してください）。

警告

アナライザ、GC/MS インターフェイス、およびアナライザの他のコンポーネントは非常に高温で動作します。冷却したことを確認するまでどの部分にも触れないでください。

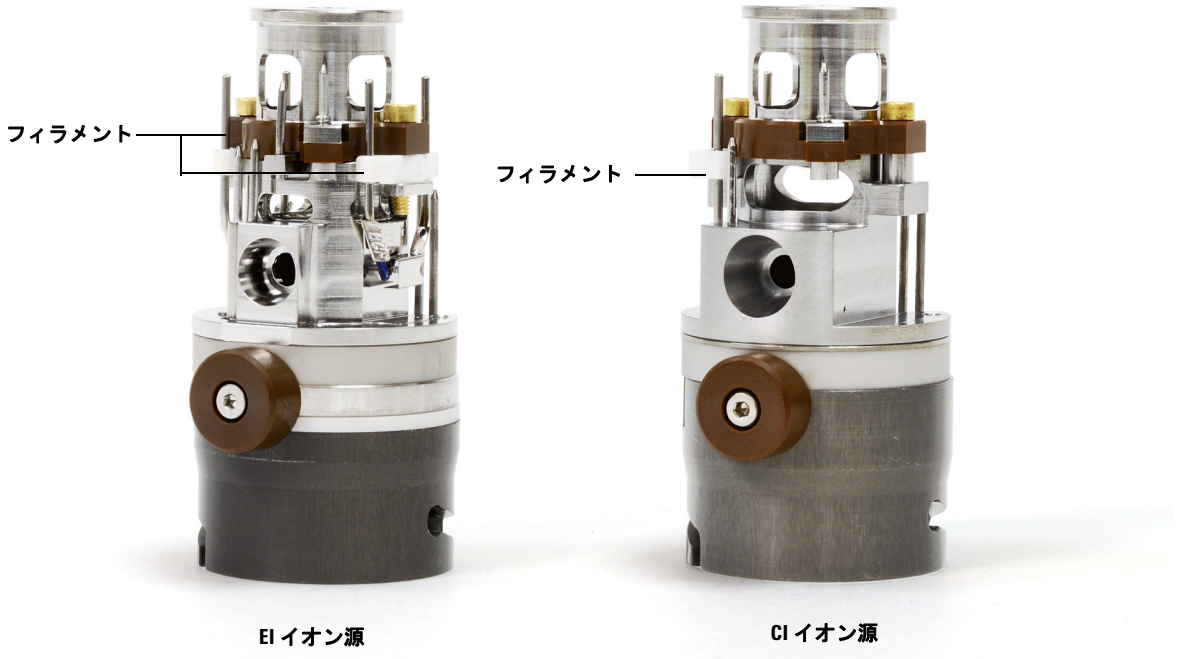

図 35 フィラメントの交換

フィラメントを取り付ける

準備するもの

- フィラメントアセンブリ、EI（G3170-60050）
- フィラメントアセンブリ、CI（G1099-80053）
- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- ピンセット（8710-2460）

手順

1 古いフィラメントを取り外します（122 ページの「フィラメントを取り外す」を参照してください）。

2 新しいフィラメントをイオン源本体のフィラメントの位置に取り付けます（図 35 を参照してください）。

3 フィラメントをネジでイオン源本体に固定します。

4 フィラメントを再び取り付けたら、これがイオン源本体に触れていないことを確認します。

5 イオン源を再び取り付けます（90 ページの「イオン源を変更する」を参照してください）。

6 MS をオートチューニングします。

注意

つまみねじを強く締めすぎないでください。空気漏れの原因となるか、真空排気ができなくなることがあります。ドライバを使わずにつまみねじを締めてください。

Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.

Printed in USA、2011 年 2 月

G3850-96005